

(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 101868290 A

(43) 申请公布日 2010. 10. 20

(21) 申请号 200880116886. 9

(22) 申请日 2008. 11. 12

(30) 优先权数据

60/989, 218 2007. 11. 20 US

(85) PCT申请进入国家阶段日

2010. 05. 19

(86) PCT申请的申请数据

PCT/US2008/083206 2008. 11. 12

(87) PCT申请的公布数据

W02009/067365 EN 2009. 05. 28

(71) 申请人 克拉考公司

地址 美国田纳西州

(72) 发明人 T·B·格林 S·L·金 L·李

(74) 专利代理机构 永新专利商标代理有限公司

72002

代理人 蔡胜利

(51) Int. Cl.

B01D 39/16 (2006. 01)

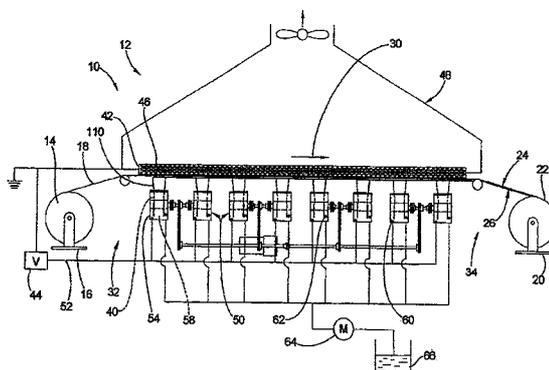
权利要求书 5 页 说明书 26 页 附图 18 页

(54) 发明名称

过滤介质、100 纳米以下的精细纤维和方法

(57) 摘要

提供了一种电纺精细纤维生产工艺, 用于产生大量直径小于 100 纳米的纤维。此外, 提供了一种过滤介质复合物, 包括基底层和电纺精细纤维层, 具有相对于压降而言的增大过滤效率和 / 或受控的孔径尺寸分布。根据一些实施方式中, 尼龙由蚁酸和醋酸的组合溶剂静电纺丝制成。



1. 一种过滤介质,包括:  
渗透性介质的基层;  
由基层承载的精细纤维层,所述精细纤维层包含大量直径小于 100 纳米的纤维。
2. 如权利要求 1 所述的过滤介质,其中,精细纤维层借助于溶剂结合至基层。
3. 如权利要求 1 所述的过滤介质,其中,所述大量是指精细纤维层的平均纤维直径小于 100 纳米。
4. 如权利要求 1 所述的过滤介质,其中,所述大量是指纤维直径中间值小于 100 纳米。
5. 如权利要求 1 所述的过滤介质,其中,所述大量是指精细纤维层中至少 25% 的纤维的直径小于 100 纳米。
6. 如权利要求 5 所述的过滤介质,其中,精细纤维层中至少 50% 的纤维的直径小于 100 纳米。
7. 如权利要求 5 所述的过滤介质,其中,精细纤维层中至少 70% 的纤维的直径小于 100 纳米。
8. 如权利要求 6 所述的过滤介质,其中,至少 70% 的纤维的直径在 50 和 100 纳米之间。
9. 如权利要求 5 所述的过滤介质,其中,精细纤维由本质上疏水性并且不溶于水的聚合物构成。
10. 如权利要求 9 所述的过滤介质,其中,聚合物包括尼龙。
11. 如权利要求 5 所述的过滤介质,其中,除了可能有的其它层以外,基层和精细纤维层的组合对于 0.75-1.00 微米尺寸颗粒的过滤效率为至少 90%,并且相对于仅有基层的情况的压降差异小于 15%。
12. 如权利要求 11 所述的过滤介质,其中,除了可能有的其它层以外,基层和精细纤维层的组合对于 0.237-0.316 微米尺寸颗粒的过滤效率为至少 80%。
13. 如权利要求 12 所述的过滤介质,其中,除了可能有的其它层以外,基层和精细纤维层的组合对于 0.237-0.316 微米尺寸颗粒的过滤效率为至少 85%。
14. 如权利要求 12 所述的过滤介质,其中,除了可能有的其它层以外,基层和精细纤维层的组合对于 6 微米的分级范围具有至少 50% 的孔径尺寸分布。
15. 如权利要求 14 所述的过滤介质,其中,除了可能有的其它层以外,基层和精细纤维层的组合对于 6 微米的分级范围具有至少 60% 的孔径尺寸分布。
16. 如权利要求 15 所述的过滤介质,其中,除了可能有的其它层以外,基层和精细纤维层的组合对于 4 微米的分级范围具有至少 40% 的孔径尺寸分布。
17. 如权利要求 16 所述的过滤介质,其中,除了可能有的其它层以外,基层和精细纤维层的组合对于 4 微米的分级范围具有至少 45% 的孔径尺寸分布。
18. 如权利要求 17 所述的过滤介质,其中,除了可能有的其它层以外,基层和精细纤维层的组合对于 2 微米的分级范围具有至少 25% 的孔径尺寸分布。
19. 如权利要求 11 所述的过滤介质,其中,基层在不带精细纤维层时对于 0.75-1.00 微米尺寸颗粒的过滤效率为小于 75%。
20. 如权利要求 12 所述的过滤介质,其中,基层在不带精细纤维层时对于 0.237-0.316 微米尺寸颗粒的过滤效率为小于 40%。
21. 如权利要求 20 所述的过滤介质,其中,基层包括基于纤维素的多孔过滤介质,所

述基于纤维素的多孔过滤介质具有下述特性：

- (a) 弗雷泽透气度在大约 1 和大约 400CFM@0.5" WG 之间；
- (b) 平均纤维直径在大约 2 和大约 50 微米之间；
- (c) 基本重量在大约 30 和大约 200 磅 /3000 英尺<sup>2</sup> 之间；
- (d) 孔径尺寸分布大致在大约 2 和大约 50 微米之间；以及
- (e) 缪伦耐破度在大约 5 和大约 70psi 之间。

22. 如权利要求 21 所述的过滤介质,其中,由精细纤维层导致的跨越基底层的压降变动小于 10%。

23. 如权利要求 21 所述的过滤介质,其中,由精细纤维层导致的跨越基底层的压降变动小于 5%。

24. 如权利要求 21 所述的过滤介质,其中,由精细纤维层导致的跨越基底层的压降变动小于 1%。

25. 一种过滤介质,包括：

渗透性介质的基层层；

由基层层承载的电纺精细纤维层,除了可能有的其它层以外,基层层和精细纤维层的组合对于 0.75-1.00 微米尺寸颗粒的过滤效率为至少 90%,其中精细纤维层和基层层的组合相对于仅有基层层的情况的压降差异小于 15%。

26. 如权利要求 25 所述的过滤介质,其中,除了可能有的其它层以外,基层层和精细纤维层的组合对于 0.237-0.316 微米尺寸颗粒具有至少 80%的过滤效率。

27. 如权利要求 26 所述的过滤介质,其中,除了可能有的其它层以外,基层层和精细纤维层的组合对于 0.237-0.316 微米尺寸颗粒具有至少 85%的过滤效率。

28. 如权利要求 27 所述的过滤介质,其中,基底在不带精细纤维层时对于 0.237-0.316 微米尺寸颗粒的过滤效率为小于 40%。

29. 如权利要求 25 所述的过滤介质,其中,基底在不带精细纤维层时对于 0.75-1.00 微米尺寸颗粒的过滤效率为小于 75%。

30. 如权利要求 25 所述的过滤介质,其中,基层层包括基于纤维素的多孔过滤介质,所述基于纤维素的多孔过滤介质具有下述特性：

- (a) 弗雷泽透气度在大约 1 和大约 400CFM@0.5" WG 之间；
- (b) 平均纤维直径在大约 2 和大约 50 微米之间；
- (c) 基本重量在大约 30 和大约 200 磅 /3000 英尺<sup>2</sup> 之间；
- (d) 孔径尺寸分布大致在大约 2 和大约 50 微米之间；以及
- (e) 缪伦耐破度在大约 5 和大约 70psi 之间。

31. 如权利要求 30 所述的过滤介质,其中,由精细纤维层导致的跨越基底层的压降变动小于 5%。

32. 如权利要求 31 所述的过滤介质,其中,由精细纤维层导致的跨越基底层的压降变动小于 1%。

33. 如权利要求 31 所述的过滤介质,其中,精细纤维层中的至少 50%的纤维的直径小于 100 纳米。

34. 如权利要求 25 所述的过滤介质,其中,除了可能有的其它层以外,基层层和精细纤

维层的组合对于 6 微米的分级范围具有至少 50% 的孔径尺寸分布。

35. 如权利要求 25 所述的过滤介质, 其中, 除了可能有的其它层以外, 基底层和精细纤维层的组合对于 6 微米的分级范围具有至少 60% 的孔径尺寸分布。

36. 如权利要求 25 所述的过滤介质, 其中, 除了可能有的其它层以外, 基底层和精细纤维层的组合对于 4 微米的分级范围具有至少 40% 的孔径尺寸分布。

37. 如权利要求 36 所述的过滤介质, 其中, 除了可能有的其它层以外, 基底层和精细纤维层的组合对于 4 微米的分级范围具有至少 45% 的孔径尺寸分布。

38. 如权利要求 25 所述的过滤介质, 其中, 除了可能有的其它层以外, 基底层和精细纤维层的组合对于 2 微米的分级范围具有至少 25% 的孔径尺寸分布。

39. 一种具有受控孔径尺寸分布的过滤介质, 包括:

渗透性介质的基底层;

由基底层承载的电纺精细纤维层, 除了可能有的其它层以外, 基底层和精细纤维层的组合对于 6 微米的分级范围具有至少 50% 的孔径尺寸分布。

40. 如权利要求 39 所述的过滤介质, 其中, 除了可能有的其它层以外, 基底层和精细纤维层的组合对于 6 微米的分级范围具有至少 60% 的孔径尺寸分布。

41. 如权利要求 39 所述的过滤介质, 其中, 除了可能有的其它层以外, 基底层和精细纤维层的组合对于 4 微米的分级范围具有至少 40% 的孔径尺寸分布。

42. 如权利要求 41 所述的过滤介质, 其中, 除了可能有的其它层以外, 基底层和精细纤维层的组合对于 4 微米的分级范围具有至少 45% 的孔径尺寸分布。

43. 如权利要求 41 所述的过滤介质, 其中, 除了可能有的其它层以外, 基底层和精细纤维层的组合对于 2 微米的分级范围具有至少 25% 的孔径尺寸分布。

44. 如权利要求 39 所述的过滤介质, 其中, 基底层包括基于纤维素的多孔过滤介质, 所述基于纤维素的多孔过滤介质具有下述特性:

(a) 弗雷泽透气度在大约 1 和大约 400CFM@0.5" WG 之间;

(b) 平均纤维直径在大约 2 和大约 50 微米之间;

(c) 基本重量在大约 30 和大约 200 磅 /3000 英尺<sup>2</sup> 之间;

(d) 孔径尺寸分布大致在大约 2 和大约 50 微米之间; 以及

(e) 缪伦耐破度在之间大约 5 和大约 70psi。

45. 如权利要求 44 所述的过滤介质, 其中, 由精细纤维层导致的跨越基底层的压降变动小于 10%。

46. 如权利要求 45 所述的过滤介质, 其中, 精细纤维层中的至少 50% 的纤维的直径小于 100 纳米。

47. 如权利要求 46 所述的过滤介质, 其中, 由精细纤维层导致的跨越基底层的压降变动小于 5%。

48. 如权利要求 46 所述的过滤介质, 其中, 由精细纤维层导致的跨越基底层的压降变动小于 1%。

49. 一种形成过滤介质的方法, 包括:

在溶剂中溶解聚合物, 以形成聚合物溶液;

由聚合物溶剂在静电场中从电极电纺精细纤维;

在基底层上沉积精细纤维；以及

选择至少一种溶剂和至少一种聚合物，以产生直径小于 100 纳米的大量纤维。

50. 如权利要求 49 所述的方法，其中，选择至少一种溶剂包括选择用于聚合物的溶解剂，此外，利用控制剂调节导电率和表面张力中的至少一种。

51. 如权利要求 50 所述的方法，其中，控制剂是不同于所述溶解剂的溶剂。

52. 如权利要求 49 所述的形成过滤介质的方法，其中，该方法包括：

在容器中容置聚合物溶液；

将电极浸没在聚合物溶液中，并且在一跨距上在多个纺丝部位从电极射出纤维；

沿所述跨距的横向行进基底以收集射出的纤维。

53. 如权利要求 52 所述的形成过滤介质的方法，还包括将精细纤维通过溶剂结合至基底层。

54. 如权利要求 49 所述的方法，其中，纺丝部位以大致线性阵列的形式沿着电极的边缘遍布于电极。

55. 如权利要求 54 所述的方法，其中，所述线性阵列包括多排纺丝部位。

56. 如权利要求 52 所述的方法，其中，多个电极沿着基底行进方向的横向以各自的跨距分布，电极间隔安置于静电纺丝区的入口端和出口端之间，基底行进通过入口端到达出口端。

57. 如权利要求 49 所述的方法，还包括将基底层间隔在与电极相隔大约 4 和大约 10 英寸之间，以及将相对湿度控制在大约 30% 和 50% 之间。

58. 如权利要求 57 所述的方法，其中，聚合物包括尼龙，并且所述至少一种溶剂包括酸，聚合物与溶剂之间的比例控制在大约 8% 和大约 20% 之间。

59. 如权利要求 58 所述的方法，其中，所述至少一种溶剂包括醋酸和蚁酸的组合物。

60. 如权利要求 59 所述的方法，其中，所述至少一种溶剂中的醋酸比例高于蚁酸。

61. 一种利用如权利要求 49 所述的方法制造的过滤介质，包括：

渗透性介质的基底层；

精细纤维层，其包括由基底层承载的静电纺丝聚合物，所述精细纤维层包括大量直径小于 100 纳米的纤维。

62. 如权利要求 61 所述的过滤介质，其中，所述大量是指精细纤维层的平均纤维直径小于 100 纳米。

63. 如权利要求 61 所述的过滤介质，其中，所述大量是指纤维直径中间值小于 100 纳米。

64. 如权利要求 61 所述的过滤介质，其中，所述大量是指精细纤维层中的至少 25% 的纤维的直径小于 100 纳米。

65. 如权利要求 61 所述的过滤介质，其中，精细纤维层中的至少 50% 的纤维的直径小于 100 纳米。

66. 如权利要求 61 所述的过滤介质，其中，精细纤维层中的至少 70% 的纤维的直径小于 100 纳米。

67. 如权利要求 61 所述的过滤介质，其中，至少 80% 的纤维的直径在 50 和 100 纳米之间。

68. 如权利要求 61 所述的过滤介质,包括:

渗透性介质的基层;

精细纤维层,其包括由基层承载的静电纺丝聚合物,除了可能有的其它层以外,基层和精细纤维层的组合对于 0.75-1.00 微米尺寸颗粒的过滤效率为至少 90%,并且,精细纤维层和基层的组合相对于仅有基层的情况的压降差异小于 10%。

69. 如权利要求 68 所述的过滤介质,其中,除了可能有的其它层以外,基层和精细纤维层的组合对于 0.237-0.316 微米尺寸颗粒具有至少 80%的过滤效率。

70. 如权利要求 69 所述的过滤介质,其中,除了可能有的其它层以外,基层和精细纤维层的组合对于 0.237-0.316 微米尺寸颗粒具有至少 85%的过滤效率。

71. 如权利要求 70 所述的过滤介质,其中,基底在不带精细纤维层时对于 0.237-0.316 微米尺寸颗粒的过滤效率为小于 40%。

72. 如权利要求 68 所述的过滤介质,其中,基底在不带精细纤维层时对于 0.75-1.00 微米尺寸颗粒的过滤效率为小于 75%。

73. 如权利要求 68 所述的过滤介质,其中,基层包括基于纤维素的多孔过滤介质,所述基于纤维素的多孔过滤介质具有下述特性:

- (a) 弗雷泽透气度在大约 1 和大约 400CFM@0.5" WG 之间;
- (b) 平均纤维直径在大约 2 和大约 50 微米之间;
- (c) 基本重量在大约 30 和大约 200 磅 /3000 英尺<sup>2</sup> 之间;
- (d) 孔径尺寸分布大致在大约 2 和大约 50 微米之间;以及
- (e) 缪伦耐破度在大约 5 和大约 70psi 之间。

74. 如权利要求 68 所述的过滤介质,其中,除了可能有的其它层以外,基层和精细纤维层的组合对于 6 微米的分级范围具有至少 50%的孔径尺寸分布。

75. 如权利要求 68 所述的过滤介质,其中,除了可能有的其它层以外,基层和精细纤维层的组合对于 6 微米的分级范围具有至少 60%的孔径尺寸分布。

76. 如权利要求 68 所述的过滤介质,其中,除了可能有的其它层以外,基层和精细纤维层的组合对于 4 微米的分级范围具有至少 40%的孔径尺寸分布。

77. 如权利要求 76 所述的过滤介质,其中,除了可能有的其它层以外,基层和精细纤维层的组合对于 4 微米的分级范围具有至少 45%的孔径尺寸分布。

78. 如权利要求 77 所述的过滤介质,其中,除了可能有的其它层以外,基层和精细纤维层的组合对于 2 微米的分级范围具有至少 25%的孔径尺寸分布。

## 过滤介质、100 纳米以下的精细纤维和方法

### 技术领域

[0001] 本发明总体上涉及聚合物精细纤维,其例如可通过对聚合物溶液进行静电纺丝制成,与这种精细纤维相关的方法和 / 或采用精细纤维的新式过滤介质复合结构。

### 背景技术

[0002] 已知由聚合物溶液借助于集电极和纺丝电极之间的电压差产生的电场通过静电纺丝(或称“电纺”)生产精细纤维。举例而言,如描述于美国专利 No. 6,743,273,聚合物溶液被泵送至旋转喷射器形式的纺丝电极,其中泵送溶液被从贮存器泵送并且强制通过喷射器中的孔。在离开时,格栅与喷射器之间的静电势施加电荷,该电荷引起液体被纺制为细精细纤维,所述纤维以高效层的形式被收集到基底上。在这一过程中,溶剂从精细纤维蒸发,这使得精细纤维在飘移过程中将纤维直径拉细。

[0003] 静电纺丝装置的另一个例子可见于专利文献 No. US2006/0290031 和 W02006/131081。上述文献中公开的纺丝电极设计采用旋转毂状体的形式,其可以采用多种不同的样式。毂被安置和浸没于聚合物溶液贮存器中,并被旋转绕垂直于捕集介质路径的轴线旋转。通过将毂旋转通过聚合物溶液,充电电极的纺丝表面被涂覆聚合物溶液。各式各样的毂状体改型在这两篇专利文献中被显示为包含提供多指向末端,以产生离散的纺丝部位,在此精细纤维被产生。

[0004] 另外,具体与用于过滤介质的精细纤维更为相关的有美国专利文献 No. 2007/0163217,其公开内容以引用方式并入本申请,因为该申请具有与本申请相同的申请人。' 217 专利文献提供了过滤介质纤维素 / 聚酰胺复合物,溶剂结合在精细纤维层和基底层之间。如该文献中所公开,纤维素 / 聚酰胺复合物被以下述方式制造,即泵送和迫使聚合物溶液通过小喷嘴用于在纤维素基底材料上沉积足够的残余溶剂来提供溶剂结合,以防止基底和精细纤维层之间层离。这样的层离或损失一部分精细纤维层可能不理想地改变过滤特性。根据该文献中的实施例,利用该文献中解释的工艺,由聚酰胺制成的精细纤维被制作成纤维尺寸为 120 纳米、300 纳米和 700 纳米。' 217 专利文献中公开的聚酰胺和纤维素过滤介质复合物材料提供了一定程度的过滤特性,如该文献中的孔径尺寸分布统计图所示。本申请和发明涉及对现有技术的改进和发展。

### 发明内容

[0005] 本发明包含几个方面,它们可以单独或以组合方式请求保护并且具有专利性,并且包含但不局限于下面描述的。

[0006] 本发明的第一方面面向一种过滤介质,其包括渗透性介质的基底层和由基底层承载的精细纤维层,其中精细纤维层包含大量直径小于 100 纳米的纤维。大量直径小于 100 纳米的纤维可以以彼此不同的方式来量化,例如直径小于 100 纳米的精细纤维所占比例、平均纤维直径和 / 或纤维直径中间值。

[0007] 优选地,溶剂结合被提供于基底层和精细纤维层之间,以防止精细纤维层层离,使

之足以用于过滤用途。

[0008] 本发明的另一方面面向提高过滤效率性能,这至少部分地归因于精细纤维层。根据这个方面,过滤介质包含渗透性介质的基层和由基层承载的电纺精细纤维层,其中,除了其它层以外,基层和精细纤维层的组合对于 0.75-1.00 微米的尺寸颗粒具有至少百分之 90 的过滤效率。另外,在实现这一点的同时,将精细纤维层和基层的组合与仅有基层的情况相比,可具有小于百分之 15 的压降差异(甚至更优选地,远低于此值)。

[0009] 本发明的又一方面涉及更为受控的孔径尺寸分布。特别地讲,具有受控孔径尺寸分布的过滤介质可以包括渗透性介质的基层和由基层承载的电纺精细纤维层,除了可能有的其它层以外,这种组合对于 6 微米的分级范围(separation range)具有至少百分之 50 的孔径尺寸分布。

[0010] 本发明的另一方面面向一种形成过滤介质的方法,包括在溶剂中溶解聚合物以形成聚合物溶液;由聚合物溶液从电极电纺精细纤维;在基层上沉积精细纤维;以及控制纺丝参数,其中包括选择至少一种聚合物和至少一种溶剂以产生大量直径小于 100 纳米的精细纤维。

[0011] 又一方面包括与表面张力和/或导电率控制剂相组合地使用溶解剂(dissolving agent)。举例而言,溶剂的混合物可被使用以导致更细的纤维形态,例如醋酸和蚁酸的组合溶剂用于尼龙的实施例。

[0012] 通过下面结合附图所作的详细描述,发明的其它方面、目的和优点将会更清楚地展现出来。

#### 附图说明

[0013] 组合于此并且构成本申请一部分的附图示出了本发明的若干方面,并且与下面的详细描述一起用于解释发明的原理。在附图中:

[0014] 图 1 是根据本发明实施方式的精细纤维产生设备的局部示意性侧视图,该设备可以用于生产过滤介质;

[0015] 图 2 是示于图 1 的设备的局部示意性俯视图;

[0016] 图 3 示出了根据本发明实施方式的多个聚合物溶液池和电纺电极以及用于驱动所述电极的适宜驱动机构的透视图,它们可以组合并且用于图 1 中的示意图中所示设备中;

[0017] 图 4 是示于图 3 的装置的一部分的放大图;

[0018] 图 5 是示于图 3 的装置的一部分的沿不同方向所作的放大透视图,以便更好地显示驱动单元的实施例;

[0019] 图 6 是示于图 3 的装置中的各个单元之一的放大侧视图;

[0020] 图 7 是示于图 3 的电纺组件或单元的剖视图;

[0021] 图 8 是可用于前述图中所示装置中的环链电极的一部分的局部放大示意图,以解释在工作过程中至少两个纺丝部位如何典型地由涂覆在每个节段上的聚合物溶液产生;

[0022] 图 9 是根据本发明替代性实施方式的蛇形带电纺装置的透视图;

[0023] 图 10 是本发明又一替代性实施方式的透视图,其中两个导向带轮驱动环带,且利用单一的针发放位置用于在工作过程中利用聚合物溶液润湿带。

[0024] 图 11 是根据来自 Donaldson Company, Inc. 商品的包含精细纤维和基底过滤介质复合物的过滤介质的现有技术实施例的孔径尺寸分布统计图；

[0025] 图 12 是用于图 11 中的介质的过滤介质基底的孔径尺寸分布统计图（其中根据国际标准 EN-779 将样品浸泡在异丙醇中将以精细纤维层去除），以显示现有技术实施例的精细纤维覆层的效果；

[0026] 图 13 是分级过滤效率数据曲线图，提供了图 11 和 12 中的无覆层和带覆层介质之间的比较（过滤效率高的介质具有精细纤维层）；

[0027] 图 14 是本发明实施方式的一个实施例中的过滤介质基底的孔径尺寸分布统计图，该基底被用作基底过滤介质（其上没有添加精细纤维层）；

[0028] 图 15 是根据本发明实施方式的一个实施例中的过滤介质复合物的孔径尺寸分布统计图，该复合物包括添加有精细纤维层的过滤介质基底（用于图 14）；

[0029] 图 16 是分级过滤效率数据曲线图，其提供了用于图 14 和 15 的无覆层和带覆层精细纤维带覆层介质之间的比较（过滤效率高的介质具有精细纤维层）；

[0030] 图 17 是这里的分级过滤效率测试中使用的作为 ISO 精细测试用灰尘的灰尘颗粒的浓度的曲线图；

[0031] 图 18 是 Donaldson Company 的现有过滤介质实施例（例如图 11 和 13 所示测试结果的介质）的放大倍率为 40,000X 的精细纤维层扫描电子显微图像，其中在图像上显示出测量值以便与发明做比较；

[0032] 图 19 是根据本发明实施方式的一个实施例（例如图 15 和 16 所示测试结果的介质）的放大倍率为 40,000X 的精细纤维层扫描电子显微图像，其中在图像上显示出测量值。

[0033] 虽然这里结合一些优选实施方式描述了发明，但本发明并不局限于这些实施方式。相反，本发明旨在覆盖所有位于权利要求书中限定的发明精神和范围内的替代、修改和等同替换。

## 具体实施方式

[0034] 在本申请中，申请人首先公开了一种优选精细纤维生产设备，用于过滤介质生产，然后转向可利用该设备实现的新式的精细纤维、过滤介质和方法。为了规划和便于阅读，采用了不同的小节和小标题。首先关注根据实施方式本发明的精细纤维生产设备的实施方式，其可以用于产生精细纤维和过滤介质。

### [0035] 精细纤维生产设备

[0036] 为了展示，根据发明实施方式的用于产生精细纤维和过滤介质精细纤维生产设备的实施例在图 1 和 2 中以局部示意图的形式显示为精细纤维生产设备 10，作为过滤介质生产系统 12 的一部分。生产系统包括可更换的精细纤维捕集介质基底主料卷 14，其显示为过滤介质基底料卷 14 的形式，安置在开卷装置 16 上。连续的基底片材 18 被从过滤介质基底料卷 14 进给通过精细纤维生产设备以便收集精细纤维并且被重卷装置 20 重新卷绕成具有过滤介质基层 24 和高效精细纤维层 26 的过滤介质料卷 22。在主基底料卷 14 被耗尽后，新的过滤介质基底料卷可根据需要被装上。

[0037] 如图所示，介质片材 18 沿着第一方向 30 行进通过精细纤维生产设备 10，大致从进入区 32 到达排出区 34。过滤介质片材的侧部 36 大致自然地平行于第一方向 30。

[0038] 精细纤维生产设备具有产生在第一和第二电极之间的静电场,从而可以设置一或多个纺丝电极 40,在此精细纤维被产生,和集电极 42,其中精细纤维在静电场提供的力的作用下被向该集电极牵拉。如图所示,介质片材 18 典型地行进在纺丝电极 40 和集电极 42 之间,以使得精细纤维通常不会沉积在集电极 42 上而是沉积在过滤介质片材 18 上。集电极 42 优选为导电性穿孔板,具有相当大的表面面积,以使得收集丝线的部位最大化。许多小孔 46 形成在穿孔板中以便于通过吹风机驱动的排气罩系统 48 真空抽吸挥发的溶剂,以将挥发的溶剂排放到外部位置例如车间外面。如图中示意性显示,集电极 42 至少同时跨越介质的宽度和纺丝电极 40 的长度,如排气罩系统 48 那样。过滤介质基层层在行进式接触集电极 42 并在与重力相反的抽吸压力作用下由集电极支撑。优选地,这种支撑构造是平坦的且平整的。

[0039] 为了产生静电场,设有高电压电源,其连接着电极 40、42 中的至少一个,用于产生电极 40、42 之间的高电压差,其量级在 10,000 和 150,000 伏之间或更高(对于生产过滤介质的精细纤维,更优选在 75,000 和 120,000 伏之间),尽管其它电压范围也是可行的。典型地,集电极 42 简单地被接地,但可以利用电压产生源向集电极提供不同于地面的电势,以使得纺丝电极可能不需要设置在相对于地面的高电势。在任何情况下,电压源被配置成在第一和第二电极之间形成足以通过静电场实现由聚合物溶液纺制精细纤维的电压差。

[0040] 在一个实施方式中,一种装置包括单一的纺丝电极 40。举例而言,图 7 中的单一电极可以用于形成其自己的设备。如示于其它图,多个纺丝电极 40 可以设置在进入区 32 和排出区之间。在每个精细纤维生产组件 50 中,一或多个纺丝电极可以组装为单元。举例而言,多个精细纤维生产组件 50 可以安置在进入区和排出区之间,如示于图 1-3。每个精细纤维生产组件 50 通过电线 52 连接着高电压电源 44,并且每个组件被施加相同的电势和相对于集电极 42 的压差。

[0041] 参看图 7,来考察每个生产组件 50 的细节,每个组件 50 包括浸入池 54,其形式可以是塑料壁面箱状容器结构。浸入池 54 的每个壁 56 由绝缘材料例如塑料(该塑料或其它绝缘材料应当不溶于预期将要采用的溶剂)支撑,以便防止意外地从高电压电源 46 向池 54 泄露电压。浸入池 54 容纳着聚合物溶液 58,包括适宜的溶剂和适宜的用于电纺精细纤维的聚合物。

[0042] 在塑料壁 56 之一上装有金属电端子 60,其延伸通过壁 56 之一并且通过电线 52 连接至高电压电源 44。端子 60 与聚合物溶液 58 连通并且因此而为溶液充电,以使得电势沿着溶液被连通至纺丝电极 40。

[0043] 另外,为实现按时补充聚合物溶液,通常包括单向阀的流体接头例如快速连接接头 62 被安装于并且穿过壁 56 之一以允许通过添加更多的这种溶液来按时补充聚合物溶液。接头可以连接到流体补充系统,其按时向池中补充更多聚合物溶液,并且包括流体记量单元 64 和贮存器 66。可以设置控制阀或独立计量单元(每个组件分别配备有一个),以单独控制每个组件中的溶液。

[0044] 如图所示,纺丝电极 40 可以采用缆索的形式,并且如实施方式中所示,可以采用环链 70 形式的环状缆索。环链 70 优选由金属或其它导电性材料制成,以使得其容易导电并且借助于由聚合物溶液 58 提供的电连通而与高电压电源 44 形成电路。环链 70 优选包含多个单独的离散节段 72,如最佳示于图 8。每个离散的节段与相邻的另一节段之间通过

间隙 74 和间隔节段 76 连接并且分隔。在这个实施方式中,节段 72 是珠粒以珠粒链,其中各个珠粒采取的形式为大致圆球 78。举例而言,不锈钢金属珠粒链可以用于形成纺丝电极。

[0045] 环链 70 沿着无端路径 80 围绕两个导向件安装,导向件的形式可以是可动导轮 82,它们彼此分隔地设置在浸入池 54 的相反两端。导轮 82 可以是牵引盘状结构,如图所示,并且可以是金属、塑料或其它适宜的材料。导轮 82 被安装成用于在绝缘轴 84 例如塑料材料轴上旋转,以便与浸入池 54 中的电势绝缘。轴 84 相对于浸入池 54 的壁 56 可旋转。环链 70 绕过导轮 82,从而包括暴露于聚合物溶液 58 外面的直线纺丝路径 86。纺丝路径 86 面对并且靠近于集电极 42。环链 70 还具有直线返回路径 88,其行进通过浸入池 54 和聚合物溶液 58,以便按时再生环链的节段,即通过将链浸入并且行进通过聚合物溶液。在任何时间,总有一部分的链被溶液再生,还有一部分被暴露以便进行电纺。

[0046] 为了沿着无端路径 80 绕导轮 82 驱动环链 70,适宜的驱动单元被提供,其包括旋转电机 90,其具有由输出轴 92 提供的旋转输出。输出然后通过齿轮机构传递至传动轴 94,然后通过链和链轮机构 96 传递至电隔离驱动器 98。这些驱动器 98 包含彼此分开但紧邻布置的壳体 100(见图 6),这些壳体中容置着被分布成相互错置的永磁体 102(磁体彼此之间以交指的方式布置),如图所示,以使得当一个壳体 100 被操作而旋转时,由于两个壳体中的永磁体 102 的散布方式导致由此产生排斥力和吸引力,因而另一壳体 100 旋转。对于每个浸入池组件,驱动器壳体 100 之一被安装于导轮 86 中的至少一个,从而导轮具有双重功能,即还被用作驱动轮以绕无端路径 80 驱动环链 70。当然,也可以设置其它适宜的驱动单元,以便绕无端路径 80 驱动环链 70。

[0047] 如可见于图 1、2 和 7,环链 70 的直线纺丝路径 86 部分相对于第一方向横向延伸,以便沿着第二方向 104 移动,第二方向优选横向于第一方向 30(即垂直或以其它方式横贯例如沿对角方向或倾斜地)。结果,随着介质片材沿着第一方向 30 从进入区 32 向排出区 34 移动,环链 70 的各个节段 72 沿着第二方向 104 在相对侧部 36 之间横向于基底片材移动。

[0048] 另外,如最佳示于图 7,随着各个节段 72 横向于整个直线纺丝路径 86 从一端向另一端移动,节段 72 与集电极 42 和 / 或介质片材 18 之间具有恒定间隔距离 106。由于环链的下垂,这样的恒定目标距离可能具有小幅变化,但这不会显著影响精细纤维生产。结果,纺丝目标间隔距离 106 可以严格受控,而不会出现大的变化(在旋转毂应用场合可能有大的变化)。如果环链沿着直线纺丝路径 86 的下垂达到了不希望有的程度,中间引导支撑体(未示出)可被沿着该路径提供,其还可以用于对环链进行按时聚合物覆层再生。这种附加的中间支撑装置可以在希望横穿大的跨距进行电纺时提供。中间再生可以如此实现,即从针泵送聚合物溶液到链上,和 / 或通过传送轮,其拾取溶液并将其传送至环链。在任何情况下,即使是环链沿着纺丝路径中存在任何小量下垂,在其本意和本发明的说明书以及附属权利要求的范围内仍然可从文字上定义为包括恒定间隔距离 106,并且在本发明的说明书以及附属权利要求的范围内仍然可从文字上定义为沿着纺丝路径 86 的移动是直线的。

[0049] 从前面的描述可以看出,直线纺丝路径 86 和环链 70 的移动方向横向于捕集介质片材 18 的移动方向 30。优选地并且如图所示,这种横向配置优选为垂直,尽管可以理解其它横向配置包括除 90° 之外的角度也可以采用。因此,在本申请的申请文件中,横向包含、但不单指垂直,而是在广义上还可以包括电纺生产缆索大致在位于捕集介质片材 18 的相对侧部 36 之间的方向上横贯移动。

[0050] 根据一种操作模式的实施方式,在工作过程中,过滤介质捕集片材 18 沿着第一方向连续行进,而且环链 70 绕无端路径 80 连续移动。然而,可以理解,二者中的任何一个的间歇式操作可以实施,以适用于各式各样的目的。

[0051] 在工作过程中,如示于图 7 和 8,环链 70 沿着直线包含多个纺丝部位 108 的纺丝路径 86 移动,这些纺丝部位直线排列成阵列,该阵列具有至少一排,并且如图所示具有两排。纺丝部位之间由间隙 74 分开,所述间隙在本实施方式的情况下是等间隔的间隙 74,以使得纺丝部位 108 沿着直线纺丝路径 86 等间隔分布。其原因在于,圆球 78 的配置典型地产生两个纺丝部位 108 用于形成精细纤维 110。如图所示,纺丝部位 108 位于圆球 78 上的相对位置上,并且借助于电斥力(例如,带电荷纺线趋向于彼此排斥)沿着横向轴线 112 即垂直于直线纺丝路径 86 相隔。因此,各个节段 72 的曲形本质有利于在纺丝部位之间产生期望的间隔并且在每个单个节段上提供多个纺丝部位,从而产生更精细纤维并且控制精细纤维的生产以实现均匀性。然而,可以理解,也可形成其它配置,例如提供用于产生纺丝部位的锋利边缘或非节段式缆索。

[0052] 在水溶性聚合物的情况下,其中水被用作溶剂,装置可在非暴露状态下使用。然而,通过提供中央罩盖 116,这里公开的实施方式具有显著的可选和优选特征,以相对于传统浸入系统提供显著的优势,该中央罩盖被布置成大体上覆盖浸入池的端部 118,如果不是设有该中央罩盖,该端部就会是开放。利用这种配置,可以看到,环链电极被围绕罩盖驱动,从而包含容纳在浸入池中并且被罩盖大体上封闭在其内的第一部分和暴露并且能够产生精细纤维的第二部分。罩盖 116 可以内置于如图所示的弹簧电极的不同部分之间,并且可以大体上封闭电极的浸入部分。罩盖 116 大致上延伸在相隔的导轮 82 之间,并且在本实施方式中可以包含导轮槽 120 以将导轮接纳在其中,并且提供出可供环链 70 移动经过的开口。在本实施方式中的情况下,每个组件 50 包含两个环链 70,并且每个环链 70 只配备两个导轮 82,一共四个槽 120 可以提供。在可能希望需要其它支撑装置的情况下,附加的槽可以为附加的导轮设置。当聚合物溶液中采用挥发性溶剂和/或除水之外的溶剂时,罩盖 116 是特别有利的。举例而言,一些溶剂材料挥发得比水快,因而更难以维持期望的聚合物与溶液之间的比例。罩盖 116 最小化在任何时间溶剂向外界的暴露量,并且因此而最小化溶剂损失。从材料节约和环境保护的角度看,这一点也许更为有利。

[0053] 举例而言,将根据图 1-8 中公开的带罩盖的循环珠粒链实施方式与商业供应的具有不带罩盖结构的设备如 El-Marco NANOSPIDER 中的型号为 NS-8A 1450 的设备(供应商:捷克共和国 Liberec 的 El-Marco, s. r. o.) 相比可以看出,在 16 小时测试期间具有相当大的溶剂节约。特别地讲,为了从 12% 聚合物溶液(聚合物与溶液之间比例)纺制聚合物精细纤维,例如尼龙 6,采用 1/3 蚁酸和 2/3 醋酸溶剂,在 El-Marco 设备的不带罩盖的浸入池中补充局部聚合物溶液,由于挥发的溶剂损失,要求向浸入池补充高度稀释的聚合物溶液(并且因此具有更多溶剂),以维持浸入池中的 12% 溶液。具体地讲,El-Marco 设备要求 2% 溶液的富含溶剂的补充溶液。相反,本发明的一个实施方式由于溶剂挥发较少,因此能够利用 7% 补充溶液的更为富含聚合物的溶液实现维持 12% 聚合物溶液。在作这种比较时,需要指出,并非设备的全部参数都是相等的(例如:电极的构造不同且驱动不同,捕集介质流率可以不同,浸入池的盆尺寸在本发明实施方式中可以更小-考虑到捕集介质不需要适应于壳状电极的旋转因而捕集介质在移动方向上可以更薄,等等)。

[0054] 尽管如此,考虑到挥发主要与可用表面面积相关(以及诸如表面搅动和空气流-例如围绕电极浸入部分的进入区和排出区,以及其它因素),溶剂节约主要归因于这里公开的池和电极罩盖技术。举例而言,图 1-8 中的实施方式大致上罩盖聚合物溶液的表面以及电极浸入的进入和排出部位(搅动区域)。这样,其它参数不会明显地影响挥发损失。在对设备作比较时,可以计算出溶剂挥发节约可以高达 60%或以上。这一优点的主要原因为电极在浸入过程中被罩盖并且聚合物溶液被大致上封闭。这样,优选提供足够的罩盖以将溶剂损失减少至少 25%,更优选减少至少 50%。

[0055] 在实现一个实施方式时,罩盖 116 可以借助于螺钉或其它装置牢固地紧固于浸入池 54 的壁。罩盖的构造和连接可以取决于电极结构。其它配置或其它类型的电极纺丝系统也是可行的。优选地,同非罩盖电极纺丝装置相比,罩盖将聚合物溶液中的溶剂的挥发减少至少 25%,更优选减少至少 50%。举例而言,通过上述实施例,可实现节约大约三分之二的溶剂。

[0056] 另外,所示出的实施方式包含位于组件 50 的相反两端的端部罩盖 122,它们安装在延伸到罩盖 116 上方的壁部延伸段 124 上,以使得端部罩盖 122 位于环链 70 的相对端部上方并且布置在导轮 82 上方。端部罩盖 122 也用于减少溶剂挥发,并且还用作护罩来限制精细纤维生产的跨距。如图所示,对置的端部罩盖的内边缘之间的端部罩盖跨距 126 大体上等于、优选略大于限定在相对侧部 36 之间的相应介质片材 18 的宽度。端部罩盖 122 可以是可调的和/或可被更换为其它更长的端部罩盖,以使得所述跨距 126 可被调节成适应于可能行进通过精细纤维生产设备 10 的捕集介质片材 18 的不同宽度。

[0057] 转到图 9,本发明的替代性实施方式被显示为精细纤维生产设备 140,其在许多方面类似于第一实施方式。举例而言,本实施方式类似地采用了缆索,该缆索被聚合物溶液润湿并且了以相对于捕集介质维持纺丝部位的恒定间隔。此外,本实施方式也可包含循环缆索,其被驱动着绕无端路径移动以提供纺丝电极。这样,仅对那些更为明显的不同之处详细描述。

[0058] 在这个实施方式中,精细纤维生产设备包含循环蛇形带 142,其被驱动着沿无端路径绕多个导轮 144 移动。蛇形带 142 优选由导电性材料制成,并且可以采用如图所示连续的无端金属条带的形式,以便用于纺丝电极。蛇形带 142 包含位于相邻的导轮 144 之间的若干直线节段 146,每个节段提供了多个纺丝部位。一般而言,最靠近集电极安置的边缘 148 提供了纺丝部位。该边缘 148 可以呈锯齿状,以提供多个离散的、等间隔的锋利边缘(未示出)和/或可以构造出凹部和类似物以沿着边缘 148 提供局部聚合物溶液流体贮存器。优选地,导轮包含齿或其它定位结构,其与带 142 上的孔 152 和其它类似定位结构接合,以使得该边缘可以维持在恒定间隔并且因此而维持恒定间隔距离 106,如果希望有这样的恒定间隔的话。

[0059] 蛇形带 142 被施加电压源,以产生静电场从而用作纺丝电极。为了沿着带 142 提供聚合物溶液,本实施方式包括润湿供应系统,其包含一或多个针 154,所述针具有控制孔口 155,所述孔口与蛇形带 142 的边缘 148 相邻但相隔。另外,所述针沿着流体管线连接至由泵 156 供应的压力聚合物溶液源,所述泵将聚合物溶液从贮存器 158 泵送。因此,利用缆索进行生产可以不再需要浸没,而是可以根据本实施方式以其它方式润湿。另外,本实施方式也提供了将电极浸入到浸入池中的能力。举例而言,蛇形带的一些部分可以被布置成借

助于蛇形带的柔性本质而竖直行进,而非水平行进。备选地,右侧部分可以浸入到盛放着聚合物溶液的浸入容器中,其中捕集介质被布置成竖直行进,而非水平行进。

[0060] 本发明第三实施方式在图 10 中显示为精细纤维生产设备 160,其在很大程度上与图 9 中的实施方式相似。这样,不再讨论相似部分。本实施方式类似地可以采用聚合物供应系统,其包括针控制孔口、泵和聚合物溶液贮存器。本实施方式也采用了循环缆索,其在这个实施方式采用的形式为更为简化的金属带 162,该金属带围绕两个带轮 164 被驱动。纤维生产可以利用预期最靠近捕集介质(未示出)的边缘 166 实现。本实施方式也非常类似于第一实施方式,除了带 162 的两个直线节段 168 都被布置成生产纤维并且可以不浸入聚合物溶液。应当指出,并不总是需要每个节段 168 被维持在恒定距离。举例而言,有时有利的是,为了产生具有不同特性的不同纤维,将不同的纤维生产纺丝电极缆索安置在相对于捕集介质的不同距离。在这个实施方式中,带轮 164 可以采用牵引盘或其它定位结构的形式,以维持边缘 166 相对于捕集介质定位。

[0061] 在解释了优选的设备之后,下面请关注本发明的新式过滤介质、精细纤维和方法,它们可以利用上面公开的设备或其它设备实现。

#### [0062] 过滤介质一般性描述

[0063] 流体流例如液体流和气体流(例如空气流)常常承载着颗粒,而颗粒通常是流体流中夹带的不良脏物。过滤器常被用于从流体流去除一些或全部颗粒。举例而言,空气过滤系统被用于在广泛用途中过滤气体流。这种系统的例子包括:内燃机进气系统;车辆驾驶室进气系统;HVAC(加热、换气和空调)系统;净室通风系统;各式各样的工业用途,其中使用滤袋、隔离织物、纺织材料;发电系统;气轮机系统;以及燃炉系统,以上是普通空气过滤用途的一些例子。类似地,液体过滤也涉及各种广泛的用途,其中包含过滤:水,燃料,致冷剂,油,和液压流体,以上是普通被过滤液体的一些例子。

[0064] 现有典型两个类型的过滤介质:表面负荷介质(或称隔离过滤);以及深度介质。表面负荷介质通常将颗粒以薄层的形式俘获在介质的表面上,有时称作滤饼。通常滤饼层形成于过滤介质上的薄表层,其通常可以利用相对轻的机械力剥离。在一些用途例如反向脉冲用途中,滤饼通过反向脉冲气浪(或应用其它机械力)被自动地从过滤介质表面振落并且被收集在废物容器中。很多情况下,在达到足够的滤饼积累后,过滤器被简单地更换。另一方面,深度介质通过介质的厚度进行工作,以将颗粒俘获在介质“深度”内。深度介质在介质占据的整个容腔或深度内加载颗粒。

[0065] 滤纸是广泛采用的表面负荷介质形式。总体而言,滤纸包括密实垫,其由大致横向往于流体流定向的纤维素纤维、合成纤维和/或其它纤维构成。滤纸大体上被构造成(1)对于流体流是渗透性的;(2)具有足够精细的孔径尺寸以防止大于特定尺寸的颗粒从中通过;以及(3)具有适宜的孔隙度以允许通过足够量的流体,从而供给过滤系统或应用所需的流体量。随着流体移动通过滤纸,滤纸上游侧通过扩散和阻留来工作,以从流体流俘获和留住选定尺寸的颗粒。

[0066] 过滤介质的一个常用参数特性是过滤介质的“过滤效率”。过滤效率是指,相对于允许颗粒不被过滤而通过介质而言,介质俘获颗粒的可能性。另一常用特性是跨越介质的压降,其传统上与介质的孔隙度相关。压降涉及过滤介质对流体流的阻碍程度。较大的孔径尺寸典型地允许更大的流体流,但遗憾的是典型地导致更多颗粒通过。结果,过滤效率

通常与压降不协调。特别地讲,虽然经常希望俘获大量颗粒,但提供这样的高过滤效率常常带来不良效果,即增大介质的阻碍力因而增大跨越介质的压降。

[0067] 过滤效率通常意味着或指的是初始过滤效率,即过滤介质在制造出来之后、投入使用并加载颗粒之前的过滤效率。在使用中,过滤介质俘获颗粒,并且因此而将颗粒以灰尘饼和/或以其他形式聚集和俘获在介质中。这些滤出颗粒插入介质中的较大孔,从而防止用于较小颗粒的孔被通过,并且因此而在使用了一段时间后使得介质过滤效率增大到高于初始过滤效率的工作过滤效率。然而,在流体流路径被颗粒插入的情况下,这种滤出颗粒也消除或部分地堵塞了流体流路,并且因此而增大跨越介质的压降,使得介质对流体流的阻力更大。

[0068] 通常,过滤器使用寿命取决于跨越过滤器的压降。随着越来越多的颗粒由流体流滤出并被过滤介质俘获,过滤介质对流体流的阻力越来越大。结果,跨越过滤介质的压降增大。最终,介质变为阻力太大,导致流体流的量不足以满足给定应用所需的流体。过滤器更换间隔被计算,以大致与这种事件相符(例如在达到流体流量不足的状况之前)。过滤器更换间隔也可以通过测量介质两侧压降负荷的传感器来确定。

[0069] 过滤器行业中经常使用的过滤介质的一个有用参数是根据ASHRAE标准52.2的MERV(最低效率通报值)通报特性。其包括测量相对于压降阻力而言的过滤效率。较高的MERV值通常表示过滤介质的级别高,而这典型地是更昂贵的。举例而言,下面的表列举了MERV通报值所需的参数。

[0070] 表1-最低效率通报值(MERV)参数

[0071]

标准 52.2 最低效率 通报值 (MERV)	复合平均颗粒尺寸效率, %, 尺寸范围, $\mu\text{m}$			平均捕获率, %, 标准 52.1 方法	最低最终阻力	
	范围 1 0.30-1.0	范围 2 1.0-3.0	范围 3 3.0-10.0		Pa	水柱, 英寸
1	n/a	n/a	$E_3 < 20$	$A_{\text{平均}} < 65$	75	0.3
2	n/a	n/a	$E_3 < 20$	$65 \leq A_{\text{平均}} < 70$	75	0.3
3	n/a	n/a	$E_3 < 20$	$70 \leq A_{\text{平均}} < 75$	75	0.3
4	n/a	n/a	$E_3 < 20$	$75 \leq A_{\text{平均}}$	75	0.3
5	n/a	n/a	$20 \leq E_3 < 35$	n/a	150	0.6
6	n/a	n/a	$35 \leq E_3 < 50$	n/a	150	0.6
7	n/a	n/a	$50 \leq E_3 < 70$	n/a	150	0.6
8	n/a	n/a	$70 \leq E_3$	n/a	150	0.6
9	n/a	$E_2 < 50$	$85 \leq E_3$	n/a	250	1.0
10	n/a	$50 \leq E_2 < 65$	$85 \leq E_3$	n/a	250	1.0
11	n/a	$65 \leq E_2 < 80$	$85 \leq E_3$	n/a	250	1.0
12	n/a	$80 \leq E_2$	$90 \leq E_3$	n/a	250	1.0
13	$E_1 < 75$	$90 \leq E_2$	$90 \leq E_3$	n/a	350	1.4
14	$75 \leq E_1 < 85$	$90 \leq E_2$	$90 \leq E_3$	n/a	350	1.4
15	$85 \leq E_1 < 95$	$90 \leq E_2$	$90 \leq E_3$	n/a	350	1.4
16	$95 \leq E_1$	$95 \leq E_2$	$95 \leq E_3$	n/a	350	1.4

[0072] 在表面负荷过滤的情况下,与尘饼形成有关的一个问题是尘饼可能会快速积累并且快速限制过滤器的使用寿命。结果,滤纸常被加工出褶、加工出沟纹或以其它方式类似地聚束构成,以增大给定体积下的介质量和介质表面面积。因此,根据本发明表面负荷实施方式的精细纤维带覆层介质典型地被加工出褶、加工出沟纹或以其它方式聚束成适宜的滤芯结构以提高过滤能力。

[0073] 对然聚束表面介质例如以褶的形式能够增加过滤器寿命,但这样的表面负荷过滤器结构存在限制。出于这一原因(并且考虑到耐破度因素),表面负荷介质的主要用途是涉及相对低速通过过滤介质的场合,通常不高于大约 30 英尺每分钟,典型地大约 20 或 10 英尺每分钟或以下。举例而言,有的低流速用途为大约 1 英尺每分钟。这里是用术语“流速”是指通过介质的平均速度(即每单位介质面积的流过量)。

[0074] 在许多过滤介质用途中,特别是高流率用途中,深度介质被选用。一种典型的深度介质包括相对厚的缠结聚集的纤维材料。一种典型的传统深度介质过滤器是深(从入口端

至出口端测量)且具有大致恒定密度的介质。具体地讲,深度介质的密度在其整个厚度上保持大致恒定,但可能存在小的密度波动,例如因安装介质和类似因素导致的周边区域附近的压缩和/或拉伸所引起。梯度密度深度介质结构也是已知的,其中介质的密度根据设计的梯度而变化。具有不同介质密度、孔隙度、过滤效率和/或其它特性的不同区域可在深度介质的深度和体积中提供。

[0075] 深度介质常以其孔隙度、密度和固体含量比例而区分特性。举例而言,5%固体的介质是指总体积的大约5%由固体(例如纤维材料)形成,剩下的部分为充填有空气或其它流体的空隙空间。另一常用深度介质特性是纤维直径。通常,对于给定固体百分比而言,较小直径的纤维使得过滤介质能更高效地俘获更小颗粒。由于较小纤维占据的体积小于较大纤维,因此较小的纤维可以被填装在一起而不增大总体固体百分比。

[0076] 由于深度介质大体上在整个体积或深度上加载颗粒,因此深度介质结构同表面负荷系统相比可以加载更大重量和体积的颗粒,并且过滤器使用寿命更长。然而,通常深度介质结构的过滤效率有所不足。为了便于实现这种高负荷能力,在使用中通常选择低固体比例的介质。这导致大的孔径尺寸,从而引起允许一些颗粒更容易通过的可能性。梯度密度系统和/或添加表面负荷介质层可以用于改进效率特性。举例而言,表面负荷介质层可以组合布置在例如深度介质的下游端上(或在上下游表面之间)以提高效率。这样的表面负荷介质层有时称作高纯度处理层。

[0077] 至少是在1980年代,在现有技术中聚合物精细纤维层已被尝试用于过滤介质结构中,以试图提供深度介质和表面负荷介质。这样的精细纤维被公开为通过静电纤维生产工艺(通常称作“静电纺丝”)制造。举例而言,精细纤维过滤介质结构被公开于下述美国专利:Barriis等的4,650,506;Kahlbaugh等的5,672,399;以及Chung等的6,743,273。这些专利文献的公开内容整体上以引用方式并入本申请,因为发明可以组合于它们公开的一或多个过滤介质结构中和/或其它这样的适宜过滤介质结构中。另外,这里公开适用于这些现有专利中公开的过滤用途的改进,以及它们中公开的可以用于本发明某些实施方式的其它精细纤维材料,包括聚合物、溶剂、其它试剂、添加剂、树脂和诸如此类的(包含任何宣称改进的精细纤维材料),被认为包含在本发明的范围内。

[0078] 如一些上述文献中所记载,精细纤维可以由不同的聚合物材料和溶剂制成。其中的例子包括聚氯乙烯(PVC),聚烯烃,聚缩醛,聚酯,纤维素醚和纤维素酯,聚硫醚,聚芳醚,聚砜,改性聚砜聚合物,和聚乙烯,聚丙烯,聚乙烯醇,各式各样的尼龙(聚酰胺,例如尼龙6,尼龙6,6和其它尼龙),PVDC,聚苯乙烯,聚丙烯腈,PMMA,PVDF。还有各式各样的溶剂可供使用。溶剂的选择和使用取决于期望的一或多种聚合物,因为溶剂应当适于充分足够聚合物。举例而言,水对于包括普通尼龙(例如尼龙6或尼龙6,6)在内的许多聚合物而言不是合适的容积。在这种情况下,另一溶剂例如蚁酸可以被选用于聚合物例如普通尼龙。用于制作静电纺丝聚合物溶液的溶剂可包括醋酸,蚁酸,m-甲酚,三氟乙醇,氯化六氟异丙醇(hexafluoro isopropanol chlorinated)溶剂,酒精,水,乙醇,异丙醇,丙酮,和N-甲基吡咯烷酮,和甲醇。溶剂和聚合物可以针对适宜的用途相匹配,以提供聚合物在给定溶剂中的足够的溶解度。

[0079] 基底介质

[0080] 一种实施方式的一个重要特性是精细纤维需要被形成为过滤介质以使用作滤芯。

精细纤维材料形成在基底上并且附着于基底,该优选为具有至少一些过滤能力的过滤介质基底,尽管诸如稀洋纱或其它非过滤层的基底也是可行的。许多过滤介质基底至少部分地或是全部地由天然纤维素纤维构成。还有许多可行方式包含天然纤维和合成纤维基底,其中包括纺粘织物,合成纤维的非纺织物,和由纤维素材料、合成材料和玻璃纤维混合制成的非纺织物,非纺织和纺织玻璃织物,挤出或冲裁的塑料网状材料,和各式各样的聚合物膜。所有这些材料典型地以片材形式提供,其可以容易地以料卷形式购买。带精细纤维层的基底片材可以形成到置于包括空气流或液体流在内的流体流中的过滤器结构中,以便从流体流去除悬浮或夹带的颗粒。

[0081] 举例而言,上面提到的各种类型的多孔过滤介质材料通常是以各式各样的厚度从供应商商业供应的(厚度范围通常在 0.006 至 0.020 英寸之间),供应商包括肯塔基州 Madisonville 的 Ahlstrom Engine Filtration, LLC 和马萨诸塞州 East Walpole 的 Hollingsworth & Voss Company, 等等。根据本发明实施方式的精细纤维可以施加至多孔过滤介质,其中过滤介质用作精细纤维高效层的基底材料。举例而言,可以使用 Ahlstrom 提供的制品,例如 Ahlstrom 制品编号为 19N-1 或 23N-3, AFI 23N-4 或 AFI 23FW-4, 或其它具有类似于下面列举的物理特性的过滤材料,(这些典型地用于发动机空气过滤):

- [0082] Ahlstrom 19N-1 过滤介质
- [0083] 100%纤维素纤维
- [0084] 基本重量 = 70 磅每 3000 平方英尺
- [0085] 平坦片材厚度规格 = 14.5 密耳
- [0086] 带槽片材厚度规格 = 18 密耳
- [0087] 弗雷泽透气度 (CFM) 11-19, 优选 14
- [0088] SD 葛尔莱硬挺度 (mg) = 3000
- [0089] Ahlstrom 23N-3 过滤介质
- [0090] 100%纤维素纤维
- [0091] 基本重量 = 55 磅每 3000 平方英尺
- [0092] 平坦片材厚度规格 = 13 密耳
- [0093] 无带槽片材
- [0094] 弗雷泽透气度 (CFM) 11-19
- [0095] SD 葛尔莱硬挺度 (mg) = 1300
- [0096] Ahlstrom AFI 23N-4
- [0097] 基本重量 52-64 磅 /3000 平方英尺。
- [0098] 泡点, 第一泡 :6.0 (min.) IWG
- [0099] 缪伦耐破度, 固化 :30 (min) PSI
- [0100] 弗雷泽透气度 :19-27CFM
- [0101] 厚度规格 :0.010-0.017 英寸
- [0102] SD 葛尔莱硬挺度 :1000 (min) MG
- [0103] Ahlstrom AFI 23FW-4
- [0104] 基本重量 70-80 磅 /3000 平方英尺。
- [0105] 泡点, 第一泡 :6 (min.) IWG

[0106] 缪伦耐破度, 固化 :20 (min)PSI

[0107] 弗雷泽透气度 :16-24CFM

[0108] 厚度规格 :0.010-0.017 英寸

[0109] SD 葛尔莱硬挺度 :1000 (min)MG

[0110] 一些制品例如 Ahlstrom 19N-1 制品提供有凹入介质中的小凹槽, 以改进灰尘保持能力。这些凹槽沿着片材和过滤介质的料卷的长度延伸。提供于过滤介质结构中的这种机械凹槽和其它配置可以与精细纤维层生产系统组合使用。这样, 对于介质基底带槽片材的实施例, 虽然出于这里所需的原因而在文字上指作是“平坦的”, 但并不是必须完美平坦, 在施加精细纤维之前, 这些片材可以包含形成在其中的凹槽、波纹、褶和类似物。

[0111] 根据本发明一个实施方式的过滤介质包含第一基层, 典型地为渗透性粗纤维介质, 其可以是深度或表面负荷介质。相对于设计的过滤应用, 基层可以包括相当高的过滤能力和效率, 或者可以具有很低或没有过滤能力或效率。基层提供了表面, 在其上可以支撑和紧固一层精细纤维介质。优选基层本身 (即不带精细纤维层) 的平均直径为至少 10 微米, 典型地且优选地大约 2 至大约 50 微米。此外, 优选基层本身的基本重量不大于大约 180 克 / 米<sup>2</sup>, 优选大约 5 至大约 140 克 / 米<sup>2</sup>。至于其它典型特性, 优选第一层的渗透性粗纤维基底介质为至少 0.0004 英寸厚, 典型地且优选地大约 0.005 至大约 0.05 英寸厚; 优选孔径尺寸分布大致在大约 2 和大约 50 微米之间; 以及优选缪伦耐破度在大约 5 和大约 70psi 之间。

[0112] 在优选过滤介质结构中, 基层, 典型地由渗透性粗纤维材料构成, 包括这样的材料, 在与过滤介质结构中的其它部分分开评测的情况下, 该材料在以 0.5 英寸水位表进行弗雷泽透气度试验时, 呈现出透气度为至少 0.5cfm (每平方英尺介质), 典型地在大约 5 和 2000cfm (每平方英尺介质) 之间。

[0113] 精细纤维 & 精细纤维层 & 生产

[0114] 虽然这里描述的设备可以用于产生不同尺寸的纤维, 优选紧固于渗透性粗纤维介质层第一表面上的精细纤维材料层是一层纳米纤维, 如这里举例描述的, 其中纤维中的大量纤维的直径优选小于 100 纳米。在本申请的申请文件中, “大量”直径小于 100 纳米的精细纤维是指下述定义中的至少一种: (1) 平均纤维直径小于 100 纳米; (2) 纤维直径中间值小于 100 纳米; 和 / 或 (3) 精细纤维层中的至少 25% 的纤维的直径小于 100 纳米。更优选精细纤维层中的至少 50% 的纤维的直径小于 100 纳米, 进一步更优选地, 根据这里公开的一种实施方式, 精细纤维层中的至少 70% 的纤维的直径小于 100 纳米。根据一种实施方式, 至少 70% 的纤维的直径在 50 和 100 纳米之间, 典型地在 70% 和 90% 或以上之间。

[0115] 可以理解, 似乎也可以与大量小于 100 纳米的精细纤维相组合地使用并产生直径大于 100 纳米的纤维。

[0116] 考察精细纤维过滤介质特性可能也是有用的, 这可以通过更精细的纤维和 / 或通过设备中的均匀性提高而实现。覆盖和纤维生产均匀性的优点可以利用这里公开的新式精细纤维生产设备的实施方式实现, 该设备也可以用于产生其它较大尺寸纤维。结果, 精细纤维除了必然的以其尺寸来确定其特性以外, 作为附加或替代方案, 可以利用过滤介质层特性来确定其特性, 这从这里提供的各实施例中可以清楚地看出。新式的改进的精细纤维过滤层性能可以实现, 其优于现有的精细纤维过滤制品。因此, 权利要求中限定了复合过滤介

质的特性。

[0117] 根据本发明的一种实施方式,一项改进的特性是提高的过滤效率。举例而言,也可以采用标准的相对低效率并且因此而低成本的基底介质,以通过精细纤维层实现高效。举例而言,尽管其他更高效的基底可以使用,但基底介质可以包括这样的表面负荷过滤介质,其对于 0.75-1.00 微米尺寸颗粒(相对中等颗粒尺寸)过滤效率小于 75%(例如大约 70%);和/或对于 0.237-0.316 微米尺寸颗粒(相对精细颗粒尺寸)过滤效率小于 40%(例如大约 30%)。因此,基底对于相对精细颗粒而言并非很高效。根据本发明的一种实施方式,除了可能有的其它层以外,基底层和精细纤维层的组合对于 0.75-1.00 微米尺寸颗粒可以具有至少 90%的过滤效率;对于 0.237-0.316 微米尺寸颗粒过滤效率为至少 80%(更优选大于 85%)。这可以在不明显牺牲压降的前提下实现。

[0118] 根据本发明的一种实施方式,另一改进的性能可以是孔径尺寸分布,特别地讲,更牢靠地控制孔径尺寸的分布,而不同于现有技术实施例中的随机或较少受控的分布。根据本发明的一种实施方式,除了可能有的其它层以外,基底层和精细纤维层的组合对于 6 微米的分级范围具有至少 50%(更优选至少 60%)的孔径尺寸分布;对于 4 微米的分级范围至少 40%(更优选至少 25%)的孔径尺寸分布;和/或对于 2 微米的分级范围至少 25%的孔径尺寸分布。一个显示了这一特性的实施例为实施例 4(还请参看孔径尺寸统计图-图 15)。

[0119] 精细纤维层的覆盖级别具有一定重要性。举例而言,太多的覆盖将产生薄膜状层,其能显著节流并且不良地增大压降。一种试验方式是比较无覆层和带覆层介质的压降,以防止不必要地牺牲太多过滤效率。优选地,精细纤维和基底的组合物与基底自身之间的压降差异典型地小于 15%,更优选小于 10%,进一步更优选小于 5%,并且根据特定实施例,压降可以小于 1%。另一确定覆盖级别的方式是基本重量。优选精细纤维层本身的基本重量优选为大约 0.01 至大约 1.0 克/米<sup>2</sup>,更优选在大约 .01 和大约 0.10 克/米<sup>2</sup>之间。

[0120] 本发明的更为精细的纤维具有显著益处,因为其根据克努森数/方程(流动稀薄效应程度)涉及所谓的“滑流”。具体地讲,纤维对流体流施加的阻碍与该纤维占据的表面面积直接相关。这一点对于控制压降和最小化流体流中过滤阻力是非常重要的。更大的表面面积典型地导致跨越该层的更高压降,这在过滤的情况下是不理想的,因为其对期望的流体流构成了阻力。对于较大尺寸的过滤介质纤维,空气速度在纤维表面中心可以基本为零。对于很小的过滤介质纤维,“滑流”会发生,其中空气速度在纤维表面显著大于零。结果,由于滑流效应,更多的流体被允许流经更小的纤维。此外,在更精细的纤维占据一个区域时,较小的纤维直径导致介质孔径尺寸增大,与此同时不会占据同样多的表面面积,并且因此而不会引起显著压降。根据特定实施方式通过使用包含大量小于 100 纳米的精细纤维的较精细纤维,在新的过滤性能中可以获得显著的益处,而不会实质上牺牲压降或过度增大跨越过滤介质的流动阻力。

[0121] 有一些参数被认为对根据本发明实施方式的精细纤维和精细纤维过滤层具有贡献。可以理解,某些操作参数的重要性可能低于另一些参数。许多因素相互交织而在它们之间产生协同效果。因此,特定的参数可以被改变,而不脱离权利要求中限定的本发明。这里,工艺被解释,以展示如何达到和调节参数,以便获得期望的精细纤维生产和/或过滤介质特性。

[0122] (a) 设备电极配置 & 结构 (精细纤维的受控分布)

[0123] 一个重要因素是生产设备用于产生足够用于过滤介质的精细纤维,并且还产生足够小的精细纤维。各式各样的期望设备特性在这里被描述,并且各式各样的设备在或多或少的程度上采用了这些特性。在现有技术精细纤维过滤的专利中强调使用加压泵喷射器系统(例如 Chung 等的美国专利 No. 6, 743, 273),由此使得加压聚合物溶剂被喷射/强制通过小喷射器孔,但根据本发明的一些实施方式,可实现更容易、更好和/或更为受控的精细纤维生产。虽然纤维可以利用其中聚合物溶液被强制通过小孔口的强制系统制成,但根据本发明优选实施方式的精细纤维生产采用的电极被按时润湿,更优选浸入聚合物溶液中以便按时在电极上产生薄聚合物溶液覆层。最优选的静电纺丝电极浸入结构示于图 1-8 并且基于这里对精细纤维生产设备所作描述。

[0124] 已被发现特别有利于商业生产根据这里实施方式的过滤介质的其它浸入设备包括:El-Marco NANOSPIDER 中的型号为 NS-8A 1450 的设备(供应商:捷克共和国 Liberec 的 El-Marco, s. r. o.)。本发明的实施方式可以包含这类其它设备。其它可以购自 El-Marco, s. r. o. 的潜在地可用于精细纤维生产的电极浸入设备的例子也被公开于专利文献 W02006/131081 和 US2006/0290031,其公开内容以引用方式并入本申请。

[0125] 通过按时浸入电极,可以向精细纤维生产提供精细纤维控制的益处。具体地讲,随着溶剂在电极上挥发(为了将纤维直径拉细,溶剂挥发是理想的,如这里所解释),聚合物被留下。这种聚合物聚集可能潜在地堵塞生产设备,并且可能以其他方式改变精细纤维生产而使得精细纤维生产的均匀性下降(因此,导致非均匀孔隙度或过滤效率),以及以其它潜在的不良方式改变所产生的直径或纤维特性(例如使用更大的喷嘴孔口可能理论上导致更大的纤维尺寸)。通过将电极浸没在溶液中,可防止聚合物在电极上聚集。由于聚合物趋向于沉积或形成在电极上,因此浸入电极可将富含该聚合物膜带回溶液中,以使之在形成硬化或沉积聚合物膜积淀物之前快速溶解或重构。也可以实现在电极的定期清理周期中消除或显著减少以便去除不希望有的聚合物积淀物。另外,浸入电极可避免强制聚合物溶液系统中出现潜在的压力差的可能性,这问题是与聚合物聚集在小孔口喷嘴或周围的问题相关的。

[0126] 另外,优选基底片材在按时润湿和浸入的电极的竖直上方行进。结果,薄聚合物覆层和膜靠近电极顶部区域趋向于在重力作用下变得更细,在电极顶部区域发生的静电放电导致形成精细纤维线的纺丝部位(也是已知的或被称作"Taylor 锥"或"喷丝锥")。如果丝线是从较小的池中抵抗着重力抽出,但在吹风机抽吸的反向力作用下通过集电极中的孔的话,维持精细纤维初始形成的更薄的聚合物膜区可以减小最终的总体精细纤维尺寸。

[0127] 相对于其它实施方式,新式的珠粒纺制精细纤维的产生设备实施方式可以具有若干益处,主要涉及所产生精细纤维的量和体积。举例而言,示于图 1-8 中的新式的珠粒纺制设备的实施方式根据一种优选工艺可以在过滤介质的整个片材宽度上控制和维持纺丝部位所在位置上的显著均匀度。通过以预定的阵列使纺丝部位相间隔,而非随机地间隔,精细纤维纺丝部位的预定间隔可以实现。这被认为可以导致更好地控制过滤效率、孔径尺寸和孔径尺寸分布。如果过滤介质的基底区域被精细纤维覆盖的程度小于其它区段,典型地会认为这些区域将被赋予不同的过滤特性。举例而言,图 1-8 中的实施方式预期维持预定和等间隔的纺丝部位阵列。随着这个实施方式中的珠粒链式电极被相对于介质横向驱动,由

于各个节段和纺丝部位移动通过过滤介质基底,沿彼此相反的方向驱动的链在长时间后会抵消潜在的聚合物溶液梯度损失。

[0128] 此外,通过将电极缆索维持在相对于集电极和介质的恒定距离,目标纺丝距离和电势不会像旋转毂型电极的情况中那样变化(例如参看转让给 El-Marco 的前述专利中的旋转毂电极)。维持目标距离,而非存在可变距离,便于更好地控制精细纤维甩出时间,并且因此而更恒定地维持溶剂挥发时间和精细纤维牵拉时间。

[0129] 因此,选择和 / 或研制适宜的精细纤维生产设备对于精细纤维层特性而言会是有利的。

#### [0130] (b) 静电纺丝电势 & 电极 / 介质间隔

[0131] 与产生大量精细纤维有关的另一因素是静电场的电势。举例而言,商业供应的 NANOSPIDER 中的型号为 NS-8A 1450 的设备(供应商:捷克共和国 Liberec 的 El-Marco, s. r. o.) 可由 60,000 伏电源提供标准静电场电势。有关商业供应的 El-Marco NANOSPIDER 中的型号为 NS-8A 1450 的设备,对该设备的改造包括提供附加电源,以使得高于 60,000 伏的静电场可以实现,并且因此而提高精细纤维生产输出。已发现,电势并不显著影响纤维尺寸,但会显著影响纤维产量。

[0132] 举例而言,对于从基于蚁酸和醋酸溶剂的溶液向纤维素过滤介质基底上生产尼龙纤维,优选提供至少 75,000 或 80,000 伏来进行静电纺丝,更优选至少 95,000 伏。根据本发明的一些实施方式,电场电势可以设置在 75,000-130,000 伏之间,或设置在更高电势。然而,在较低的电势下可以生产较小的精细纤维产量和 / 或更多组件可以使用,以使得电压通常不是那么重要的因素。

[0133] 电源包含可以用于产生静电场电势的正负电源。典型地集电极承受接地电势,而纺丝电极承受电源的电压。然而也可将反向电源可以连接到集电极,以使得任一电极相对于地面的电势可以不那么太高。还可以将两个电极相对于地面的电势等值提高,而二者之间的电势差不变。因此,最有效的是利用集电极和放电纺丝电极之间的电压差来评估系统。

[0134] 精细纤维产生应当大致以足够的距离完成,以允许从各纺丝部位挥发和甩出 Taylor 锥中的精细纤维束。优选过滤介质基底与静电纺丝电极通常分隔至少 3 英寸,并且通常不大于大约 10 英寸,典型地在 4-7 英寸之间。举例而言,对于尼龙 6 聚合物溶液,目标距离优选在大约 5 和大约 6 英寸之间,以便以非常小的纤维直径良好地生产精细纤维。优选地,过滤介质与集电极接触着行进,以使得集电极或介质(其相对于目标距离典型地非常薄)相对于纺丝电极的目标距离有效地相同或大致相同。

[0135] 根据特定实施方式,例如这里的精细纤维生产设备实施方式中所示的,该距离可以保持恒定,其中,随着每个电极节段在介质上方平移将目标距离维持恒定(例如优选不系统地旋转靠近和远离目标)。另外,目标距离还涉及集电极的构造。举例而言,如示于图 1 和 7,集电极可以是大致上固态的穿孔板,其大表面区域中具有许多小孔口,以便于抽吸和排除挥发的溶剂。大表面区域有助于维持目标距离(例如可避免集电极上的表面部位之间大幅跳动)。

#### [0136] (c) 聚合物选择

[0137] 过滤用途通常涉及潮湿和热环境(和 / 或冷环境)。举例而言,车辆内燃机的空气滤清器用途可能不止要在热或冷环境中操作,还会遭受发动机产生的热量和其它状况例如

高湿度、凝露、雨、雪或冻雨,从而使得湿气容易与空气流一起吸入过滤器中。液体滤芯还必须与所过滤的液体相容且不溶于该液体。此外,与质量相协调地低成本商业批量生产过滤介质也是需要考虑的。

[0138] 本发明的适用于许多过滤用途的优选实施方式包括聚合物,其本质上不溶于水,或可以承受湿气并且抵抗显著温度波动,包括温度高达 100°C 或以上。在这样的环境条件下长期工作对于这种过滤用途来说是经常遇到的,由这样的聚合物制成的精细纤维应当保持它们的过滤特性的全部或至少大部分。

[0139] 举例而言,本发明的特定实施方式包含满足这些质量要求的尼龙材料,包括但不限于尼龙 6 和尼龙 6,6。举例而言,根据这里提出的实施方式和实施例,尼龙 6 材料也被纺制成精细纤维,其中包含大量 100 纳米以下的精细纤维。然而,也可使用其它聚合物材料,如前面所提出。

#### [0140] (d) 溶剂选择 & 聚合物溶液管理

[0141] 通常,一方面较高比例的溶剂相对于聚合物而言是理想的,但另一方面又不能高到阻止或阻碍精细纤维喷丝锥形成的程度。太高比例的溶液可能引起聚合物溶剂飞溅而非形成丝线。然而,经验中发现较高的溶剂比例通常导致较细的聚合物精细纤维制品。在溶剂含量较高的情况下,随着从纺丝电极向基底材料静电纺丝,较多的喷丝锥会蒸发掉。这样,一个需要控制的因素是溶剂比例。

[0142] 溶剂选择也是一个因素,并且其部分地取决于所选择的聚合物。虽然也可以采用单一的溶剂,但根据一个实施方式,优选采用溶剂的组合物以实现导电率和表面张力控制,其中包括至少一种聚合物溶解剂,其适于溶解所选择的一或多种聚合物,和导电率控制剂,其调节聚合物溶液的导电率和表面张力,从而控制纤维型态和产生更精细的纤维。导电率和表面张力控制剂可以包含盐、酸和其它影响导电率的制剂。根据一个实施方式,导电率控制剂包括导电率和表面张力降低剂(降低表面张力且降低导电率的制剂)。根据这里的实施方式,已发现较低的表面张力和导电率适于产生明显更细的纤维型态。具体地讲,较高的导电率和 / 或表面张力被认为会引起精细纤维丝线更快地从纺丝电极朝向捕集介质和电极跳跃。结果,在静电纺丝 Taylor 锥状态下所花费的甩丝理论时间较少,这会减少拉细纤维尺寸的机械作用。

[0143] 对于聚酰胺例如尼龙 6 的实施方式和实施例,适宜的溶剂包含蚁酸作为溶解剂,和醋酸主要作为导电率和表面张力控制剂。虽然醋酸被列举为潜在的聚酰胺溶剂,但在有些情况下并非如此,因为其在室温下不能导致尼龙拉细,而是在使用时需要加热并且尼龙将趋向于从溶液析出。这样,根据本发明的一些实施方式,溶剂的组合是一个显著方面。在这个实施例中,通常比蚁酸更多的醋酸是理想的(例如大于 50% 的醋酸和小于 50% 的蚁酸)。举例而言,具有大约 2/3 醋酸和大约 1/3 蚁酸的溶剂被发现可以产生理想的 100 纳米以下的细精细纤维,且具有优异的纤维生产率(本实施例中的各浓度级别为:88% 蚁酸,即例如 88% 蚁酸和 12% 水;以及 99.9% 醋酸,也被称作冰醋酸)。特别地讲,对于尼龙 6,在将纯蚁酸溶剂转变为醋酸和蚁酸的组合物时,相当高的精细纤维尺寸减小可以呈现出来。8-20% 聚合物在溶剂中的溶液(即 92% -80% 溶剂)是获得良好纤维型态的实用范围的例子。更优选溶液为大约 12% 聚合物的溶液,以产生良好纤维型态和期望的细纤维。

#### [0144] (e) 受控的环境

[0145] 涉及到的又一因素是相对湿度和温度。虽然其它温度也可以采用,但优选地,考虑到工业生产原因和工人舒适原因,温度要与典型工厂中的温度范围相关。举例而言,实施例温度可以在 60 °F 和 80 °F 之间,其中 72 °F 为典型室内温度。

[0146] 相对湿度是影响溶剂挥发和晾干速度的更重要的因素。如果湿度太高,则溶剂挥发不足而导致纤维变粗。另一方面,如果湿度太低,则溶剂挥发太快。如果溶剂挥发太快,由于甩丝动作中的机械力的因素,纤维不能变得足够细,这会不理想地导致较粗纤维(例如聚合物纤维沉积太快而不能通过机械甩丝动作提供纤维拉细)。这样,环境湿度控制是重要的。举例而言,相对湿度在大约 40% 和大约 55% 之间是实用范围。关于尼龙 6 的实施方式,大约 44% 的相对湿度(例如优选 42-46% 之间)导致良好的非常细的纤维型态。

#### [0147] (f) 基底附着

[0148] 另外,对于过滤用途,希望将纤维附着至过滤介质基底。作为结果,在普通基于纤维素的基底的情况下,利用一些残留的将要挥发的溶剂将精细纤维沉积在过滤介质基底上是理想的,可实现精细纤维层与基底之间的溶剂型结合和/或更好地形成一体。附着应当足以防止简单地用手指划过介质和/或由于介质的常规磨损或运转而导致纤维层剥离。根据 Frey 等的名称为“Cellulosic/Polyamid Composite”的美国专利文献 No. 2007/0163217 中的披露和启示,附着优选至少足以防止因手工施加的剥离力导致剥离,该文献的公开内容以引用方式并入本申请。

[0149] 虽然有人提出使用单独的精纤维结合/约束系统(例如 Barris 等的美国专利 4,650,506),优选地,在精细纤维和过滤介质基底之间提供溶剂型结合,从而当沉积到过滤介质基底上时,存留在新形成的纤维上的足够的溶剂接触到过滤介质基底。关于采用蚁酸的尼龙实施例,优异的溶剂结合可以实现,举例而言,利用基于纤维素的介质基底,如'217 专利文献中所述。然而,粘合剂、罩盖层和捕获技术(例如层间)也可以采用。

#### [0150] 试验技术

[0151] 在转到下面的实施例之前,先请注意可以用于评估精细纤维和过滤介质参数的试验技术。

[0152] 大体上根据标准 ASHRAE 52.2、特别是根据下述技术和设备,可以利用分级过滤效率试验技术来测量过滤效率。

[0153] 对于这里列举的测试结果,分级过滤效率技术利用“ISO Fine”试验粉末,其可购自明尼苏达州 Burnsville 的 Powder Technology, Inc. (零件号 No. IS01212103-1)。这种粉末包含分级的颗粒尺寸,以使得单一的试验过程可以测量不同颗粒尺寸的颗粒俘获效率。举例而言,颗粒尺寸浓度和分布示于图 17 中的曲线图。过滤介质试验样本(一个 100 平方厘米的圆盘介质以传统方式用于下述设备)在 PALAS MFP2000(购自德国 Karlsruhe 的 Palas® GMBH)中以 120l/m 的密度承受 ISO FINE 粉末,灰尘浓度为 70mg/m<sup>3</sup>。PALAS MFP2000 具有电晕放电单元(CD2000),用于将灰尘上的任何电荷中性化,以防止错误读取静电电荷。压降读数由该试验设备通过内置于设备中的压力传感器同步读取,以同时即在相同操作参数下提供压降信息,以使得能够基于相同的流率参数来测量和比较压降。

[0154] 孔径尺寸分布数据可以根据标准 ASTM-F316 通过孔径尺寸分布试验测量。对于这里执行的试验,孔径尺寸分布利用下述技术和设备得到:PMI(纽约州 Ithaca 的 Porous Materials, Inc.) 商标 Capillary Flow Porometer- 型号

No. CFP-1100AX-U-08182005-1446。

[0155] 在本申请的说明书和权利要求书中,精细纤维“直径”意味着并且是指由扫描电子显微镜 (SEM) 测量各个纤维部分而观测和 / 或测量到的纤维的宽度或厚度,并且可以在图 18-19 图示出来。一般来说,测量典型地取自纤维部分的中间区域,其延伸在横向纤维或纤维部分之间 (例如参看 SEM 图像 - 图 18-19)。通常不在纤维束可能一起延伸、会合或重叠的区域进行测量。“直径”在本申请的说明书和权利要求书中并不意味着且不要求纤维是完美圆形的,尽管一些或所有纤维可以是圆形的。考虑到纤维的小尺寸和技术限制,目前并不知道精细纤维的实际横截面如何。假定纤维具有大致圆形横截面。

[0156] 试验和 / 或生产实施例

[0157] 在下面的试验实施例中,前两个实施例是在本申请的申请日之前商业供应的过滤介质制品的控制样本,来自明尼苏达州 Minneapolis 的 Donaldson Company, Inc.。这样的控制样本用于比较的目的。可以相信,介质可以根据转让给 Donaldson 的精细纤维领域中的一个或更多专利申请例如 Chung 等的美国专利 No. 6, 743, 273 中提出的技术而制成 (或同组的类似专利)。基于在水和 / 或异丙醇中的表观溶解趋势,精细纤维看上去是或可被认为是聚乙烯醇的衍生物。

[0158] 实施例 3 是商业供应的用于实施例 4 和 5 的过滤介质基底的实施例。实施例 4 是根据前面关于图 1-8 所描述的珠粒型环链实施方式构成的,而实施例 5 涉及观测过滤介质复合物的实施方式,它是利用 El-Marco NANOSPIDER 中的型号为 NS-8A 1450 的设备 (供应商:捷克共和国 Liberec 的 El-Marco, s. r. o.) 制成的。

[0159] 实施例 1

[0160] 试验在明尼苏达州 Minneapolis 的 Donaldson Company, Inc. 商业供应的过滤介质复合物制品上进行。考虑到介质容纳在盒中,过滤介质样本被小心地从盒中取出以便测试。观测表明,过滤介质复合物包括较粗的过滤介质基底材料和沉积在其上的一层精细纤维。如示于图 18 中的扫描电子显微图像,精细纤维层中的精细纤维的纤维直径被观测到典型地大于 100 纳米,不存在大量直径小于 100 纳米的精细纤维。

[0161] 复合介质的基本重量为 71.03 磅 / 3000 英尺<sup>2</sup>; 弗雷泽透气度为 13.5 (CFM@0.5" WG); 厚度规格为 0.3 密耳。试验结果表明,过滤介质可被定级为 MERV 14 (基于分级过滤效率数据), 初始压降为 362.87Pa。

[0162] 实施例 1 中的孔径尺寸和分级过滤效率试验数据如下所述和 / 或被示于图 11 和 13。

[0163] 表 2- 孔径尺寸 (μm)

[0164]

试验号	1	2	3	中间值	SD
最大	26.3	34.9	27.6	29.587	4.62
中间值	9.1	9.2	8.9	9.08	0.17
最小	2.58	2.32	2.22	2.3733	0.19

[0165] 表 3- 累积过滤器流量, 孔径尺寸 ( $\mu\text{m}$ )

[0166]

试验号	1	2	3	中间值
10%流量	15.89	17.8	16.7	16.8
25%流量	12.06	13.5	12.7	12.8
75%流量	6.38	6.4	6.3	6.3
90%流量	4.53	4.7	4.6	4.6

[0167] 表 4- 分级过滤效率结果

[0168]

范围( $\mu\text{m}$ )	E(%)	其它数据	
0.237-0.316	66.66		
0.316-0.422	67.51		
0.422-0.562	73.80	灰尘浓度	
0.562-0.750	80.70	70	$\text{mg}/\text{m}^3$
0.750-1.000	88.43		
1.000-1.334	92.66	流率	
1.334-1.778	95.65	120	L/min

[0169]

1.778-2.371	96.87		
2.371-3.162	98.61	试验灰尘	
3.162-4.217	99.49	ISO Fine	
4.217-5.623	99.51		
5.623-7.499	99.23	初始压降	
7.499-10.000	99.00	362.87	Pa

[0170] 实施例 2

[0171] 试验在实施例 1 中的基底过滤介质上执行, 以试图更好地评估精细纤维层的过滤特性。具体地讲, 明尼苏达州 Minneapolis 的 Donaldson Company, Inc. 商业供应的过滤介质复合物制品样本首先被浸泡于异丙醇中以便溶解, 并且因此而去除精细纤维层。精细纤维看上去完全溶解于异丙醇, 这就是异丙醇被选作溶剂的原因。样本然后被干燥以蒸发异丙醇溶剂, 然后样本经受试验。

[0172] 基底介质的基本重量为 71.27 磅 / 3000 英尺<sup>2</sup>; 弗雷泽透气度为 15.3 (CFM@0.5" WG); 厚度规格为 0.3 密耳。试验结果表明, 过滤介质可被定级为 MERV

13(基于分级过滤效率数据),初始压降为 378.13Pa。

[0173] 实施例 2 中的孔径尺寸和分级过滤效率试验数据如下所述和 / 或被示于图 12 和 13。

[0174] 表 5- 孔径尺寸 ( $\mu\text{m}$ )

[0175]

试验号	1	2	3	中间值	SD
最大	27.4	28.4	28.8	28.183	0.73
中间值	9.0	9.3	9.6	9.27	0.30
最小	2.73	2.23	1.90	2.2867	0.42

[0176] 表 6- 累积过滤器流量,孔径尺寸 ( $\mu\text{m}$ )

[0177]

试验号	1	2	3	中间值
10%流量	16.93	17.3	17.8	17.4
25%流量	13.11	13.4	13.8	13.4
75%流量	5.87	6.1	6.0	6.0
90%流量	4.09	4.4	3.9	4.1

[0178]

[0179] 表 7- 分级过滤效率结果

[0180]

范围( $\mu\text{m}$ )	E(%)	其它数据	
0.237-0.316	48.07		
0.316-0.422	52.36		
0.422-0.562	61.90	灰尘浓度	
0.562-0.750	71.44	70	$\text{mg}/\text{m}^3$
0.750-1.000	82.20		
1.000-1.334	90.32	流率	
1.334-1.778	93.96	120	L/min
1.778-2.371	96.30		
2.371-3.162	97.83	试验灰尘	
3.162-4.217	98.21	ISO Fine	
4.217-5.623	97.99		
5.623-7.499	96.02	初始压降	
7.499-10.000	95.00	378.13	Pa

[0181] 实施例 3

[0182] 试验在实施例 4 中的无覆层的相对低等级纤维素纤维材料基底过滤介质上执行, 其被用作精细纤维过滤介质复合物的基底材料。基底过滤介质购自 Ahlstrom, 商标 / 型号为 AFI-23N-4。因此, 不需要像实施例 2 那样通过异丙醇浸泡来制备样本。

[0183] 基底介质的基本重量为 59.8 磅 / 3000 英尺<sup>2</sup>; 弗雷泽透气度为 23.4(CFM@0.5" WG); 厚度规格为 0.4 密耳。试验结果表明, 过滤介质可被定级为 MERV 12(基于分级过滤效率数据), 初始压降为 242.63Pa。

[0184] 实施例 3 中的孔径尺寸和分级过滤效率试验数据如下所述和 / 或被示于图 14 和 16。

[0185] 表 8- 孔径尺寸 ( $\mu\text{m}$ )

[0186]

试验号	1	2	3	中间值	SD
最大	40.6	39.2	42.6	40.81	1.68
中间值	12.0	12.2	12.0	12.073	0.13
最小	2.52	2.47	2.38	2.4567	0.07

[0187] 表 9- 累积过滤器流量, 孔径尺寸 ( $\mu\text{m}$ )

[0188]

试验号	1	2	3	中间值
10%流量	22.35	22.3	22.0	22.2
25%流量	17.37	17.4	17.2	17.3
75%流量	7.73	7.5	7.7	7.6
90%流量	5.34	4.9	4.9	5.0

[0189] 表 10- 分级过滤效率结果

范围( $\mu\text{m}$ )	E(%)	其它数据	
0.237-0.316	30.34		
0.316-0.422	34.46		
0.422-0.562	42.77	灰尘浓度	
0.562-0.750	54.52	70	$\text{mg}/\text{m}^3$
0.750-1.000	69.10		
1.000-1.334	78.90	流率	
1.334-1.778	86.02	120	L/min
1.778-2.371	90.61		
2.371-3.162	93.79	试验灰尘	
3.162-4.217	95.22	ISO Fine	
4.217-5.623	95.32		
5.623-7.499	94.79	初始压降	
7.499-10.000	93.45	242.63	Pa

## [0190] 实施例 4

[0192] 具有基于纤维素的基底层和尼龙 6 精细纤维层的过滤介质复合物被利用实施例 3 中的基底介质制备。复合介质利用前面关于图 1-8 所描述的循环金属珠粒型链电极（使用一个珠粒型链组件的实施方式）制成。环境条件为室温（例如 72 °F）和相对湿度 44%。精细纤维由 12% 尼龙 6 溶液制成，其中尼龙 6 被溶解于 2/3 冰醋酸和 1/3 蚁酸溶液（所用蚁酸具有 88% 浓度，醋酸具有 99.9% 浓度级别）。

[0193] 95,000 伏电势被提供。金属珠粒型链电极被电耦合至负 45,000 伏电源，集电极承受正 50,000 伏电源。金属珠粒型链电极和集电极之间的目标间隔被维持在  $5\frac{1}{2}$  英寸，而基底介质在集电极上行进并接触集电极。

[0194] 如示于图 19 中的扫描电子显微图像，精细纤维层中的精细纤维的纤维直径被观测到典型地小于 100 纳米，具有大量直径小于 100 纳米的精细纤维。对于多个行进和 / 或

观测部位, SEM 观测表明, 典型地大约 80% -90% 之间的精细纤维的直径在 50 纳米和 100 纳米之间。

[0195] 复合介质的基本重量为 61.05 磅 /3000 英尺<sup>2</sup>; 弗雷泽透气度为 22.9 (CFM@0.5" WG); 厚度规格为 0.5 密耳。试验结果表明, 复合过滤介质可被定级为 MERV 15 (基于分级过滤效率数据), 初始压降为 243.63Pa (例如, 相对于实施例 3 中的无覆层介质的差异小于 1%)。

[0196] 实施例 4 中的孔径尺寸和分级过滤效率试验数据如下所述和 / 或被示于图 15 和 16。

[0197] 表 11- 孔径尺寸 ( $\mu\text{m}$ )

[0198]

试验号	1	2	3	中间值	SD
最大	33.8	37.0	32.7	34.497	2.20
中间值	9.7	10.4	9.4	9.8367	0.49
最小	3.38	2.74	2.55	2.89	0.43

[0199] 表 12- 累积过滤器流量, 孔径尺寸 ( $\mu\text{m}$ )

[0200]

试验号	1	2	3	中间值
10%流量	17.88	19.2	17.0	18.0
25%流量	12.81	14.3	12.4	13.2
75%流量	8.02	7.2	7.1	7.4
90%流量	6.66	4.8	4.7	5.4

[0201]

[0202] 表 13- 分级过滤效率结果

[0203]

分级过滤效率结果			
范围( $\mu\text{m}$ )	E(%)	其它数据	
0.237-0.316	87.71		
0.316-0.422	88.47		
0.422-0.562	89.79	灰尘浓度	
0.562-0.750	92.10	70	$\text{mg}/\text{m}^3$
0.750-1.000	94.88		
1.000-1.334	96.88	流率	
1.334-1.778	98.16	120	L/min
1.778-2.371	98.97		
2.371-3.162	99.54	试验灰尘	
3.162-4.217	99.90	ISO Fine	
4.217-5.623	100.00		
5.623-7.499	100.00	初始压降	
7.499-10.000	100.00	243.85	Pa

[0204] 实施例 5

[0205] 具有基于纤维素的基底层和尼龙 6 精细纤维层的过滤介质复合物利用实施例 3 中的基底介质根据实施例 4 中的参数制成,但不同的设备被使用,即 El-Marco NANOSPIDER 中的型号为 NS-8A 1450 的设备(供应商:捷克共和国 Liberec 的 El-Marco, s. r. o.),并且该设备被改造而将电压供应提高到 95,000 伏以增加精细纤维生产率。环境条件为室温(例如 72 °F)和相对湿度 44%。精细纤维由 12% 尼龙 6 溶液制成,其中尼龙 6 被溶解于 2/3 醋酸和 1/3 蚁酸溶液(所用的蚁酸具有 88% 浓度,醋酸具有 99.9% 浓度级别)。95,000 电压差的静电场被提供。纺丝电极和集电极之间的目标间隔为 5½ 英寸(在最近点测量)。对于多个行进和/或观测部位,SEM 观测表明,典型地大约 80% -90% 之间的精细纤维的直径在 50 纳米和 100 纳米之间。

[0206] 这里引用的所有文献,包含出版物、专利申请和和专利都以引用方式以这样的程度并入本申请,即如同每篇文献被分别专门地以引用方式将其全部内容加入本申请中。

[0207] 在本发明的申请文件中(尤其是在权利要求书中)所用的术语“一”和“所述”以及类似的表达方式都被认为覆盖了单数和复数形式,除非在此另加指出或与其它文字记载存在明显的矛盾。术语“包括”、“具有”、“包含”和“含有”被认为是开放式的(即表示“包括,但不局限于”),除非另加指出。这里提到的数值范围仅仅是一种简洁方式来表示每个相应的数值可以落在该范围内,除非另加指出;并且由此规定的数值范围内的各个具体数值就像在说明书中分别单独列举了一样。这里描述的各种方法可以以任何适宜的次序执行,除非在此另加指出或与其它文字记载存在明显的矛盾。使用这里提供的任何以及全部例子

或示例性语言（比如“例如”），只是用于更好地解释本发明而不是对本发明的范围构成限制，除非另加声明。如果不是在权利要求中提出，说明书中的语言都应被解读为并非实施本发明必不可少的。

[0208] 本发明的优选实施方式在此被描述，包括使用者所知的实现本发明的最佳实施模式。本领域技术人员在阅读了本说明书后容易对这些优选实施方式做出各种修改。发明人预期技术人员能够适宜地采用这些修改，并且发明人认为本发明能够以除了这里具体描述的方式之外的方式实现。因此，本发明包括在所适用的法律允许范围内对权利要求书中提出的保护对象的全部修改和等同替换。另外，上面描述的各个元件之间的各种可行组合都被认为涵盖在本发明的范围内，除非在此另加指出或与其它文字记载存在明显的矛盾。

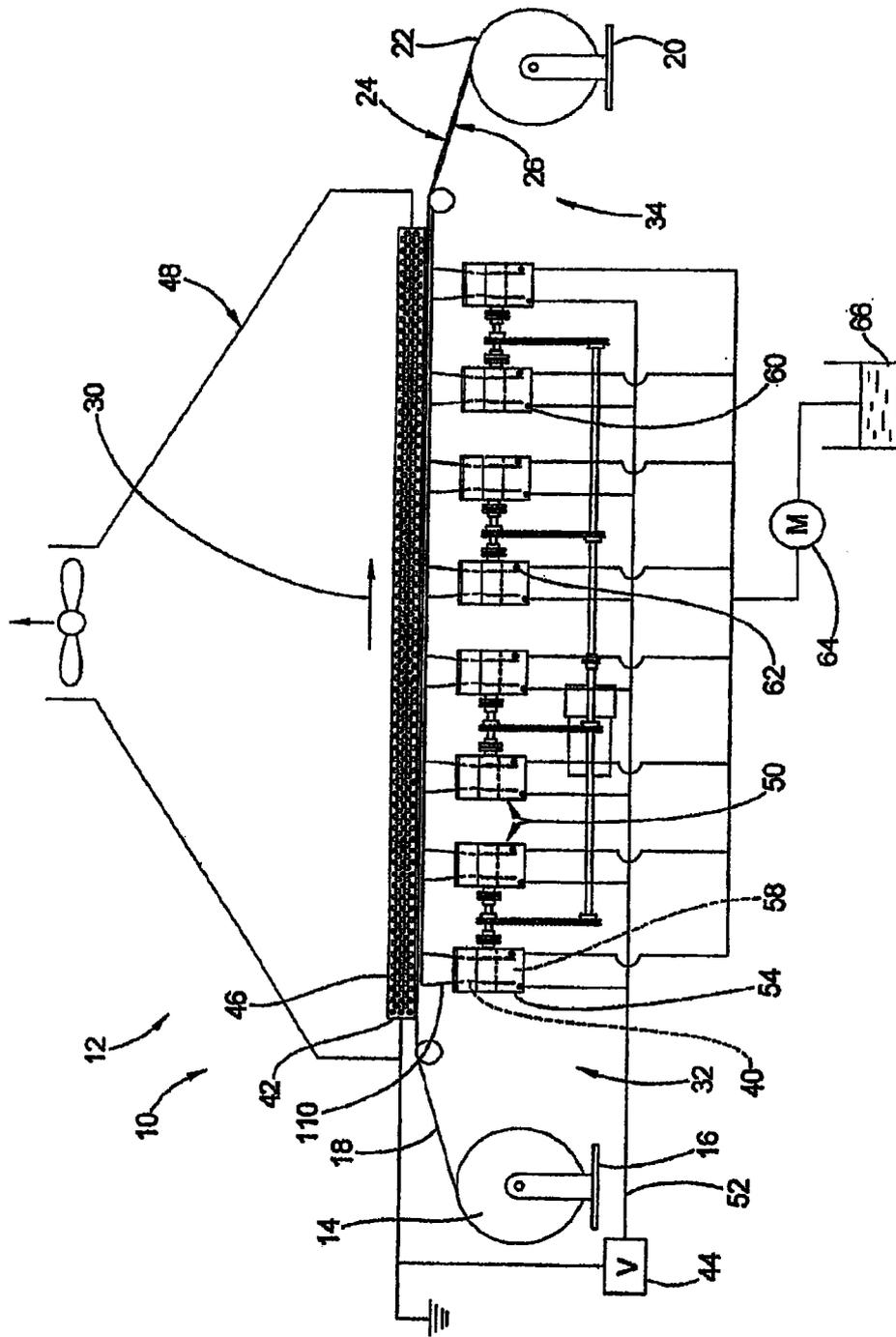


图 1



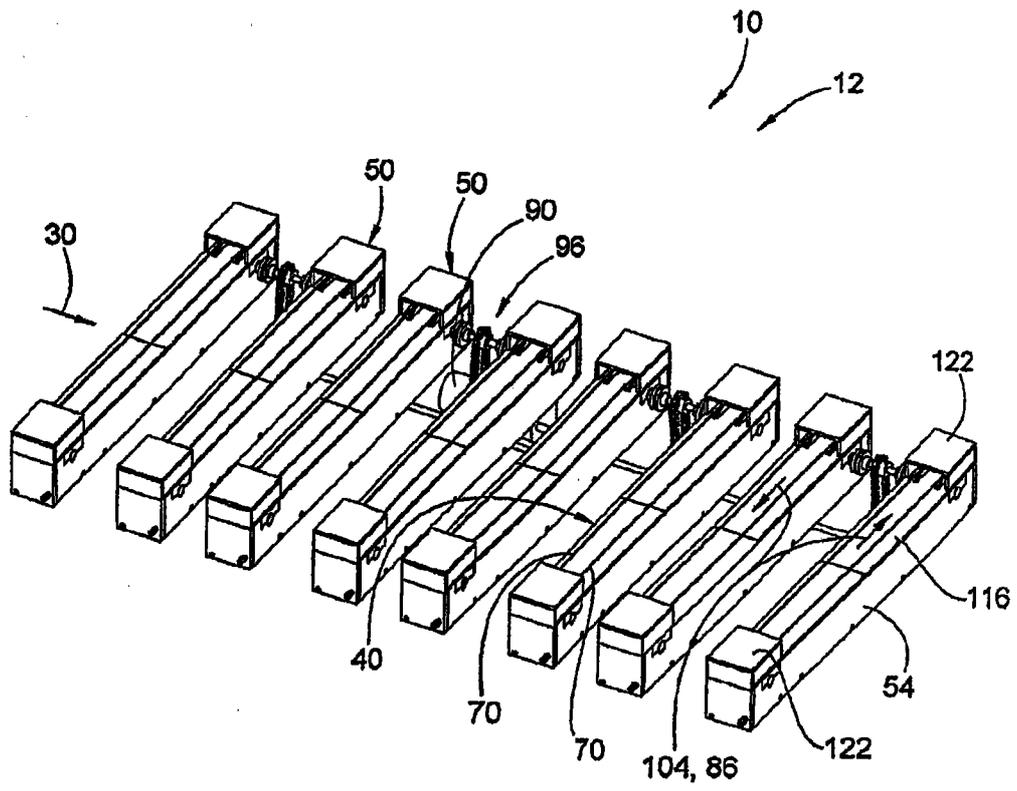


图 3

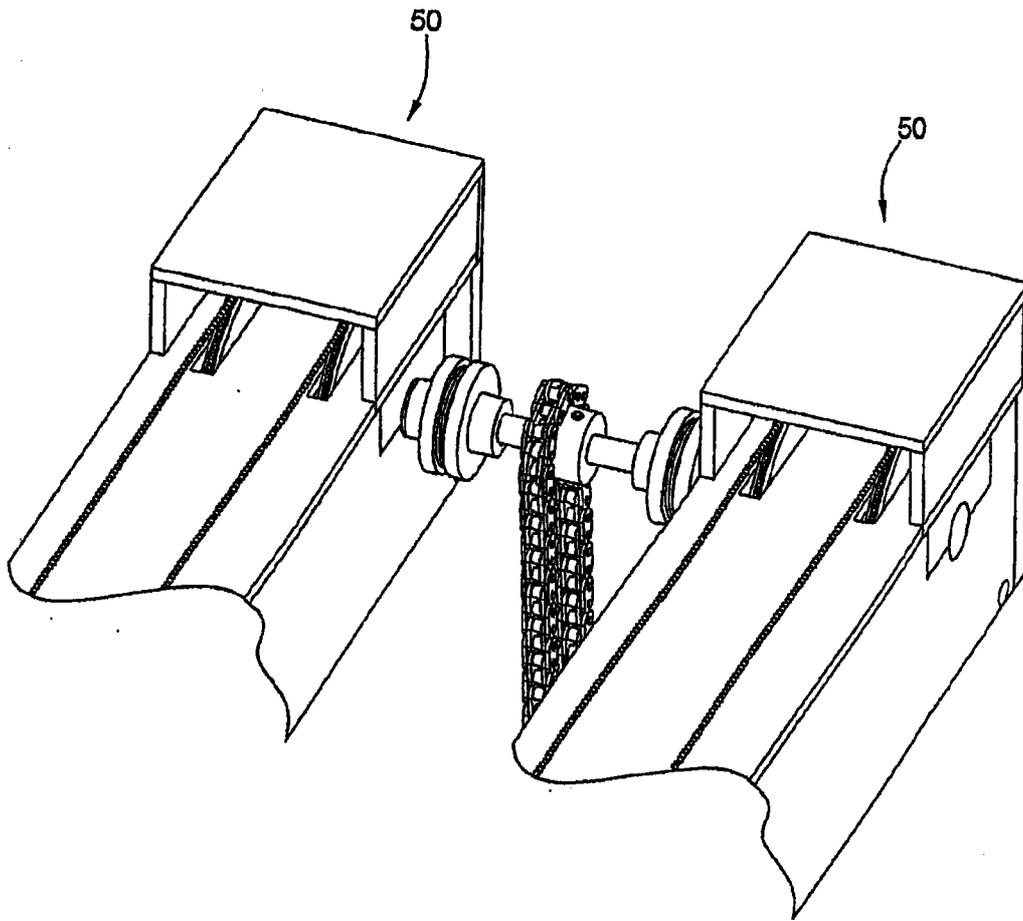


图 4



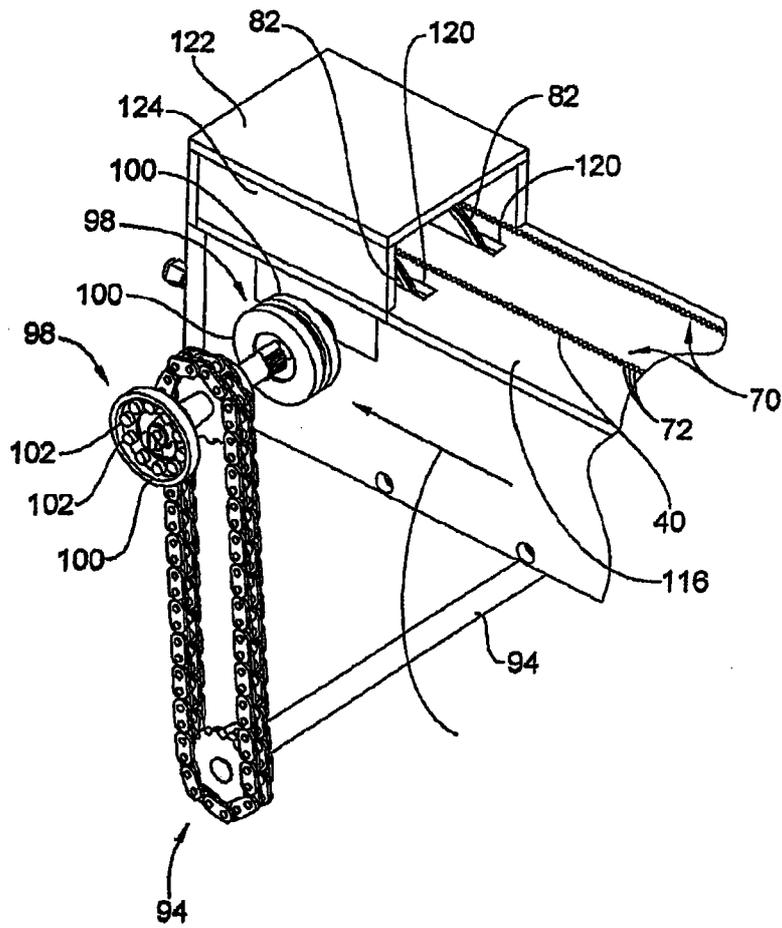


图 6

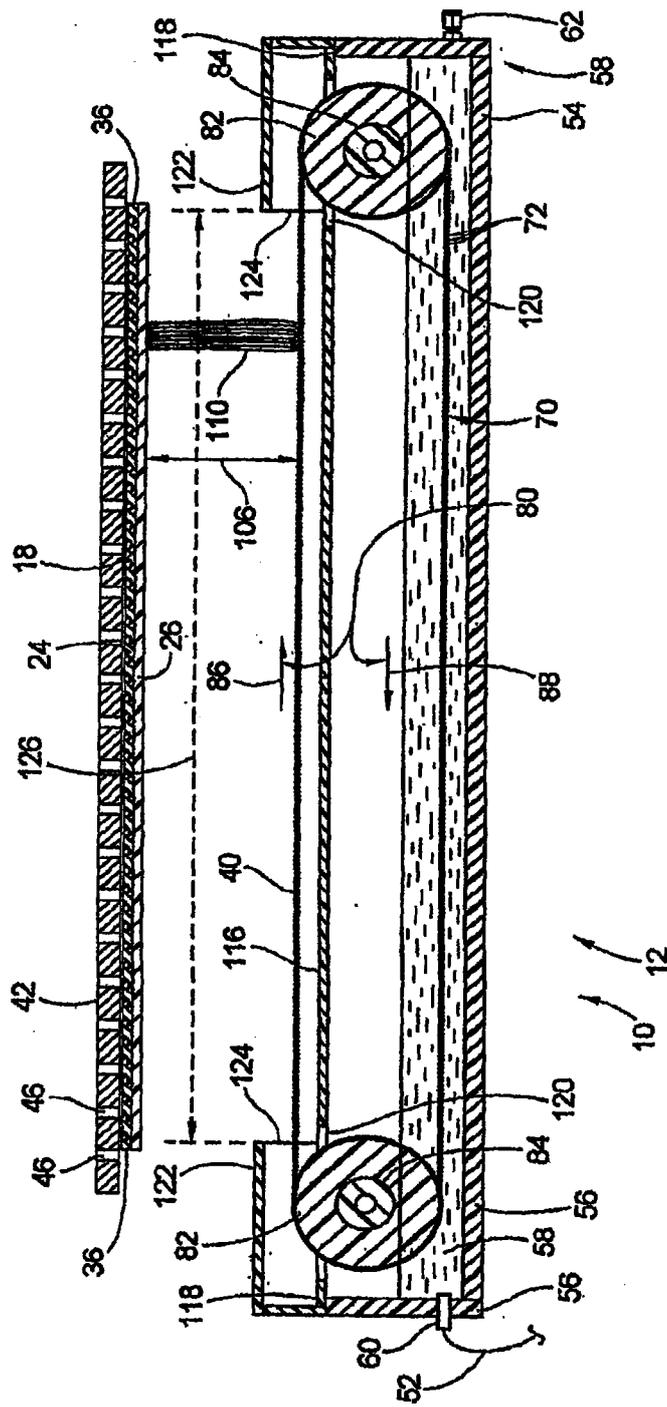


图 7

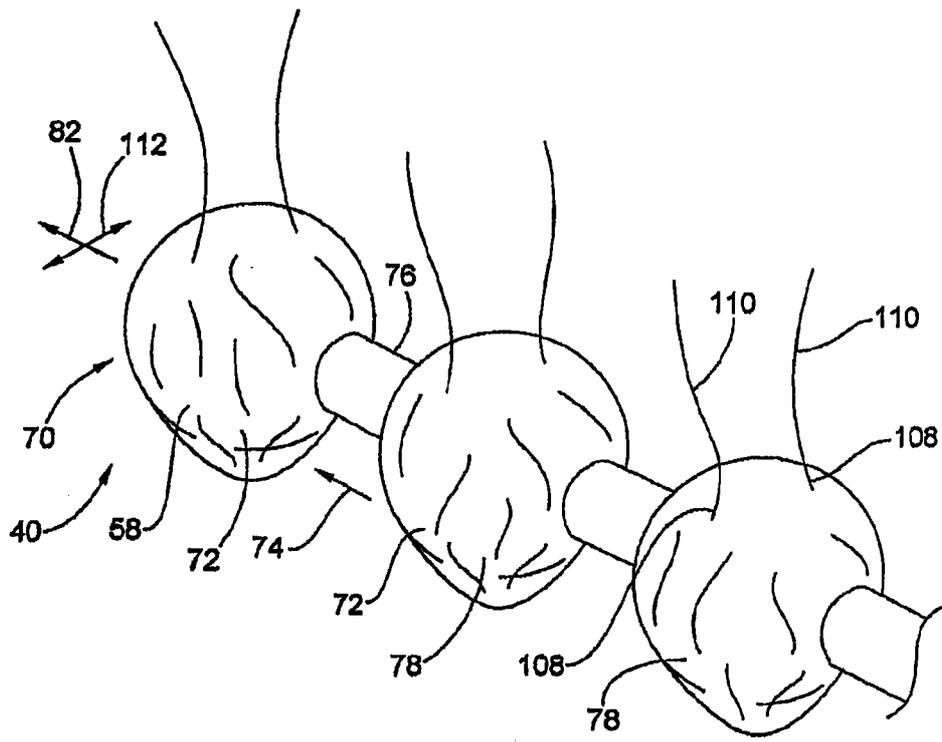


图 8

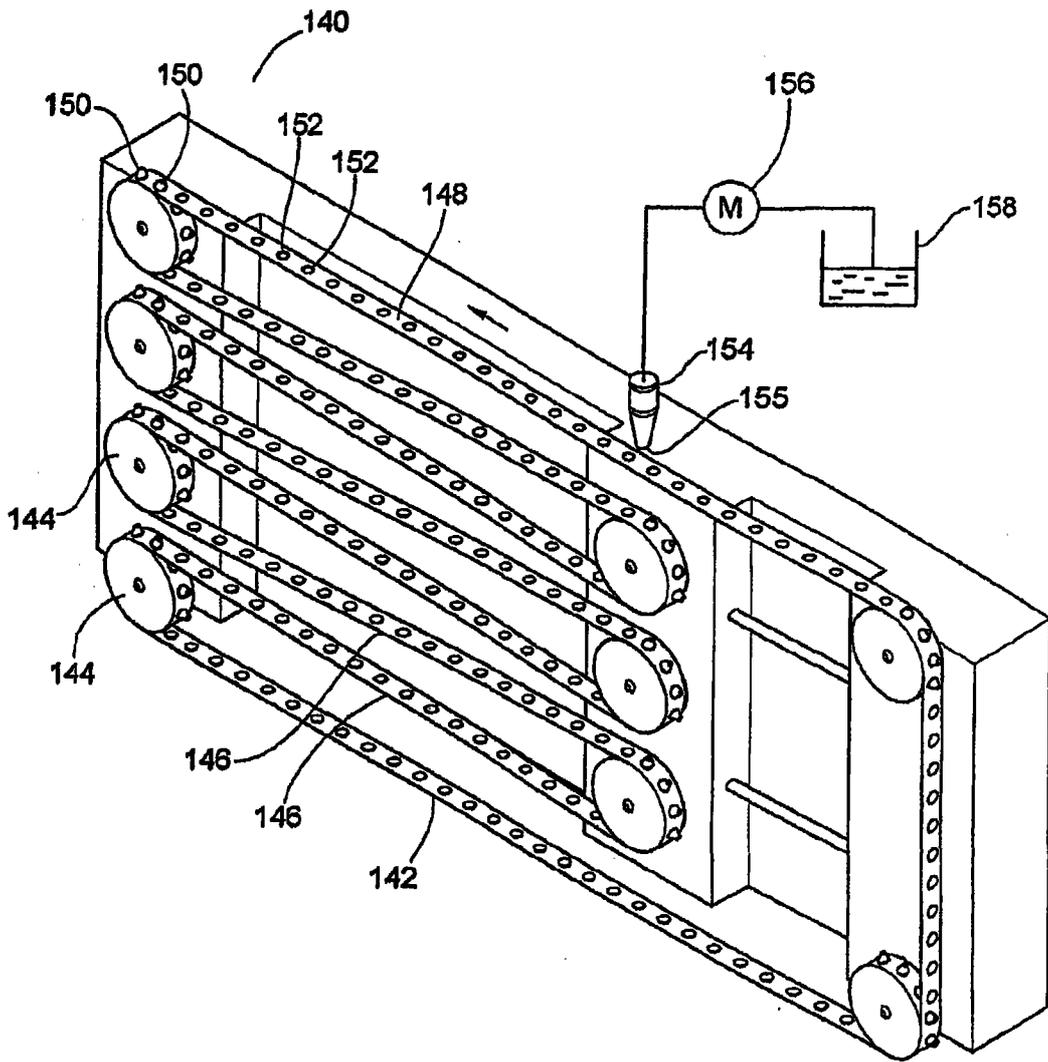


图 9

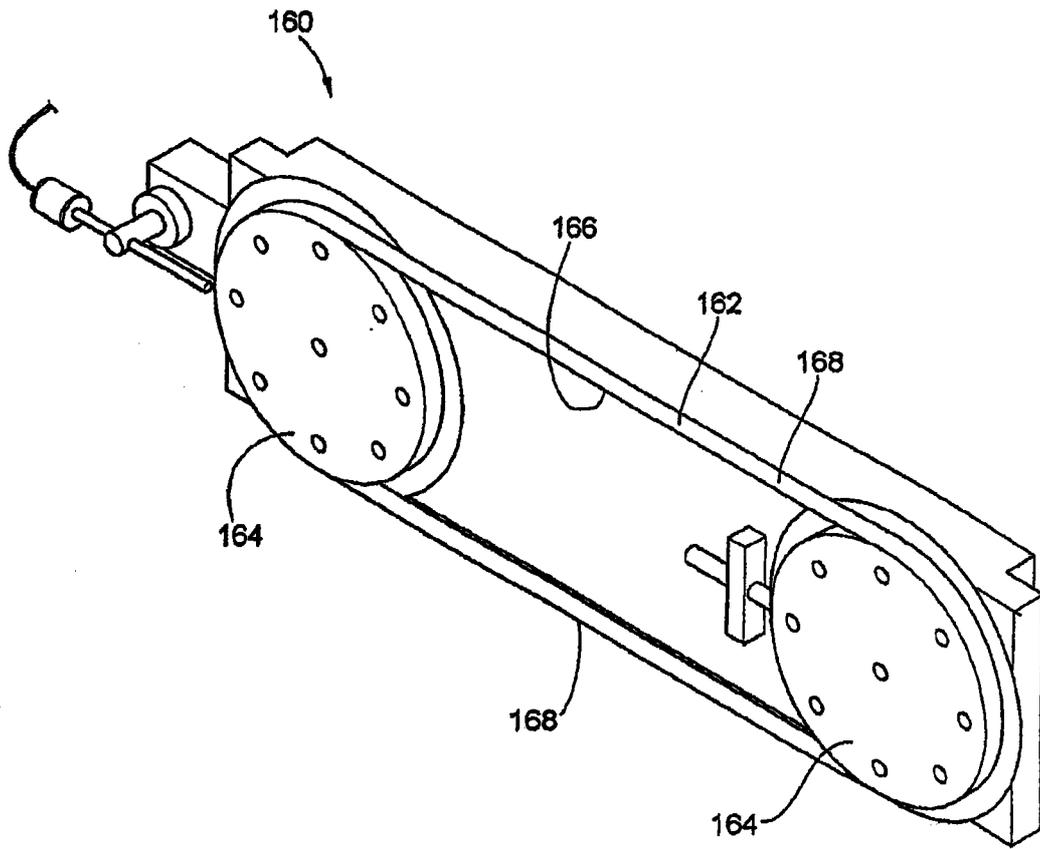


图 10

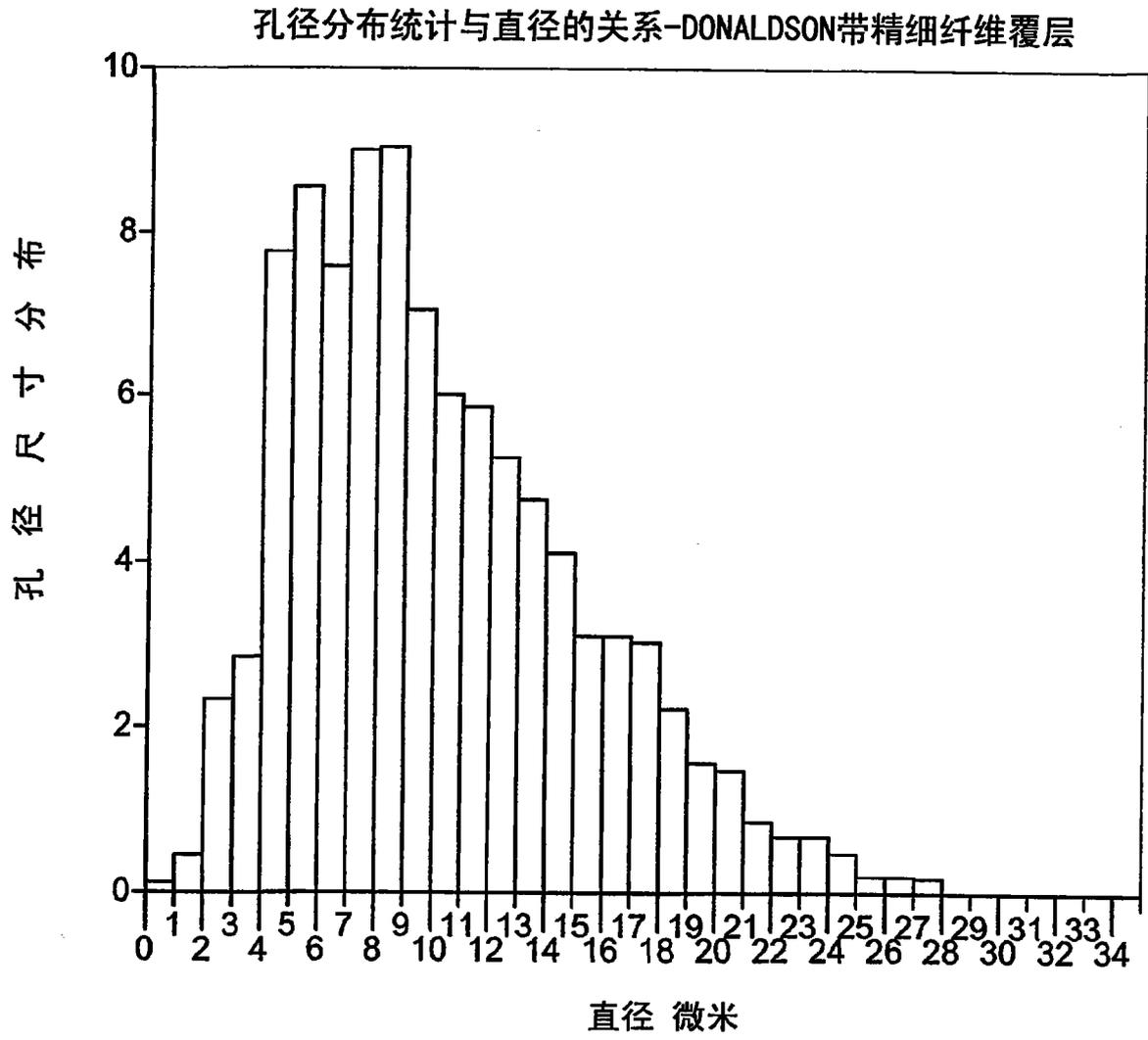


图 11

孔径分布统计与直径的关系-DONALDSON基底（不带覆层）

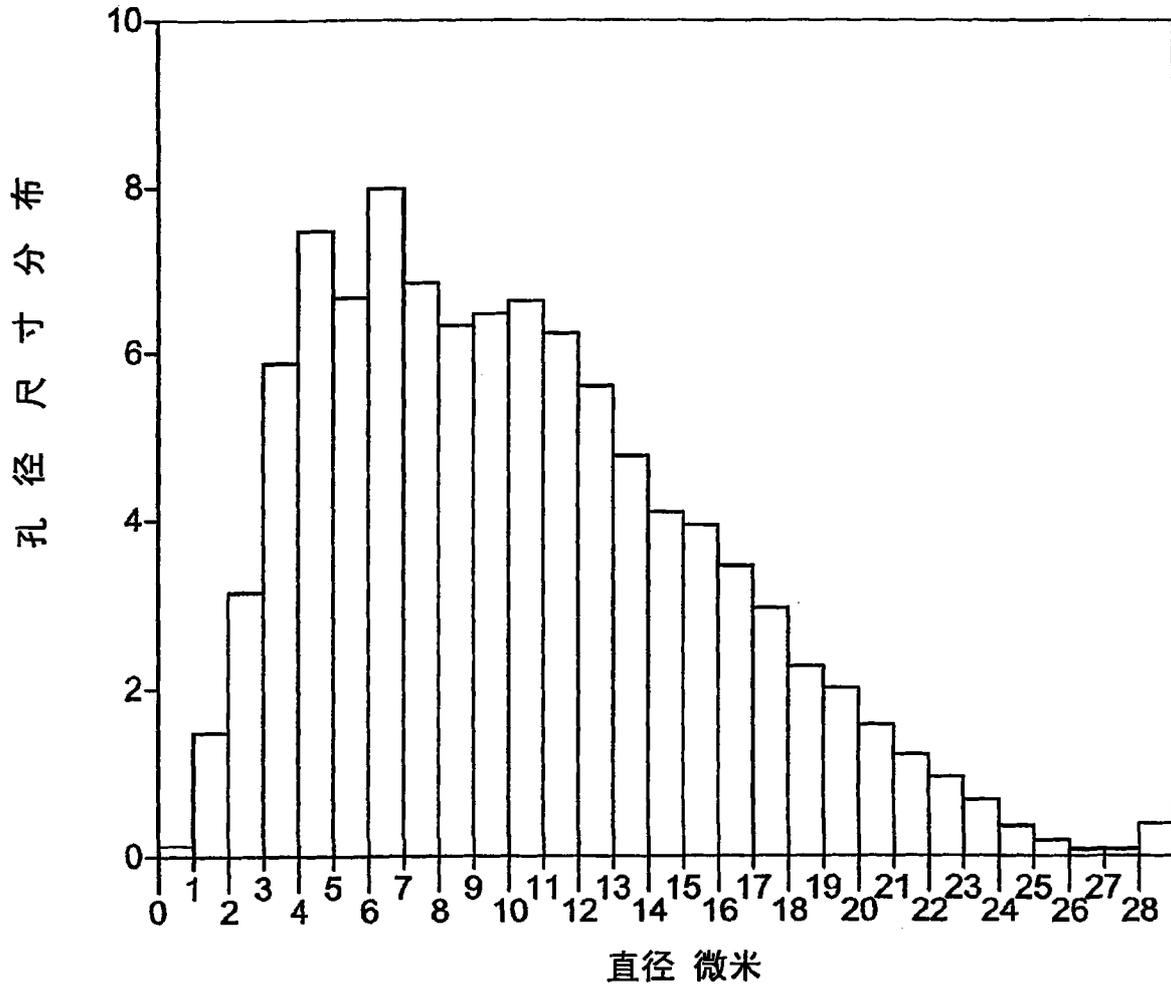


图 12

$$100\% * (1 - dC_{\text{down}} / dC_{\text{up}})$$

X80	0.61 $\mu\text{m}$	0.81 $\mu\text{m}$
X95	1.36 $\mu\text{m}$	1.75 $\mu\text{m}$
Ret.	99.35 %	95.61 %
dp	362.87 Pa	378.13 Pa
Ret. (0.4 $\mu\text{m}$ )	68.09 %	54.94 %

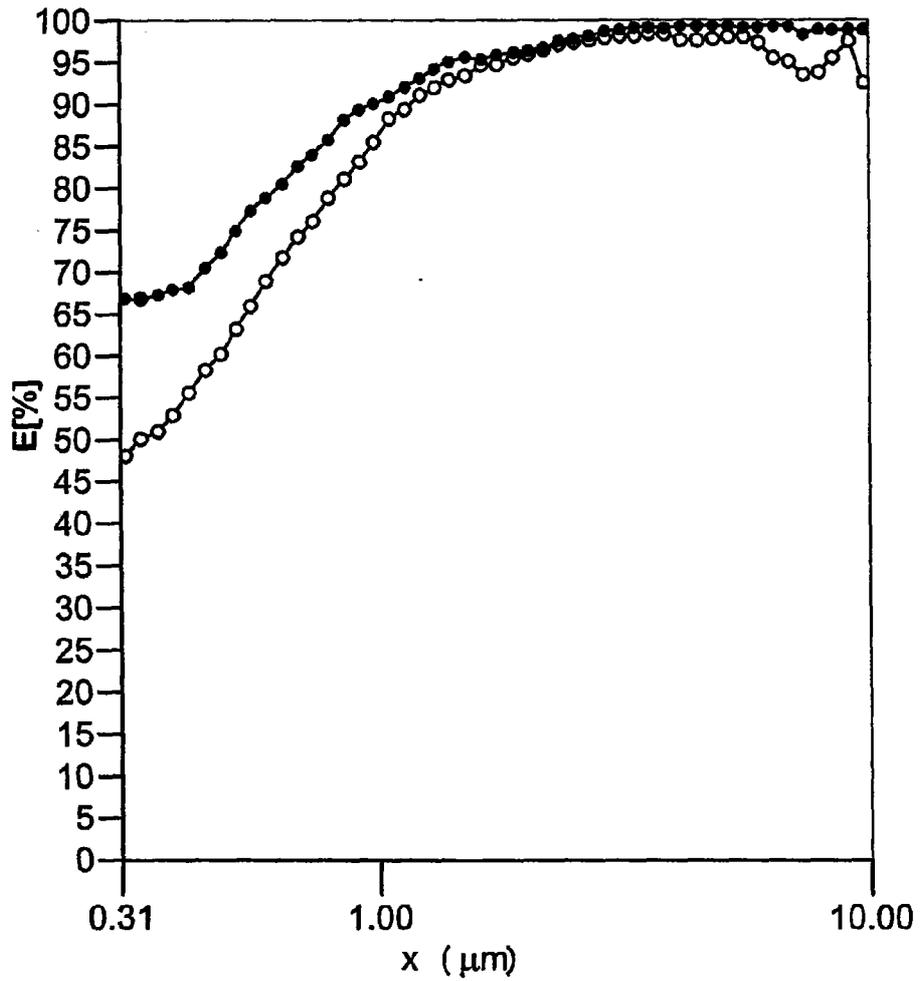


图 13

孔径分布统计与直径的关系-基底（不带覆层）

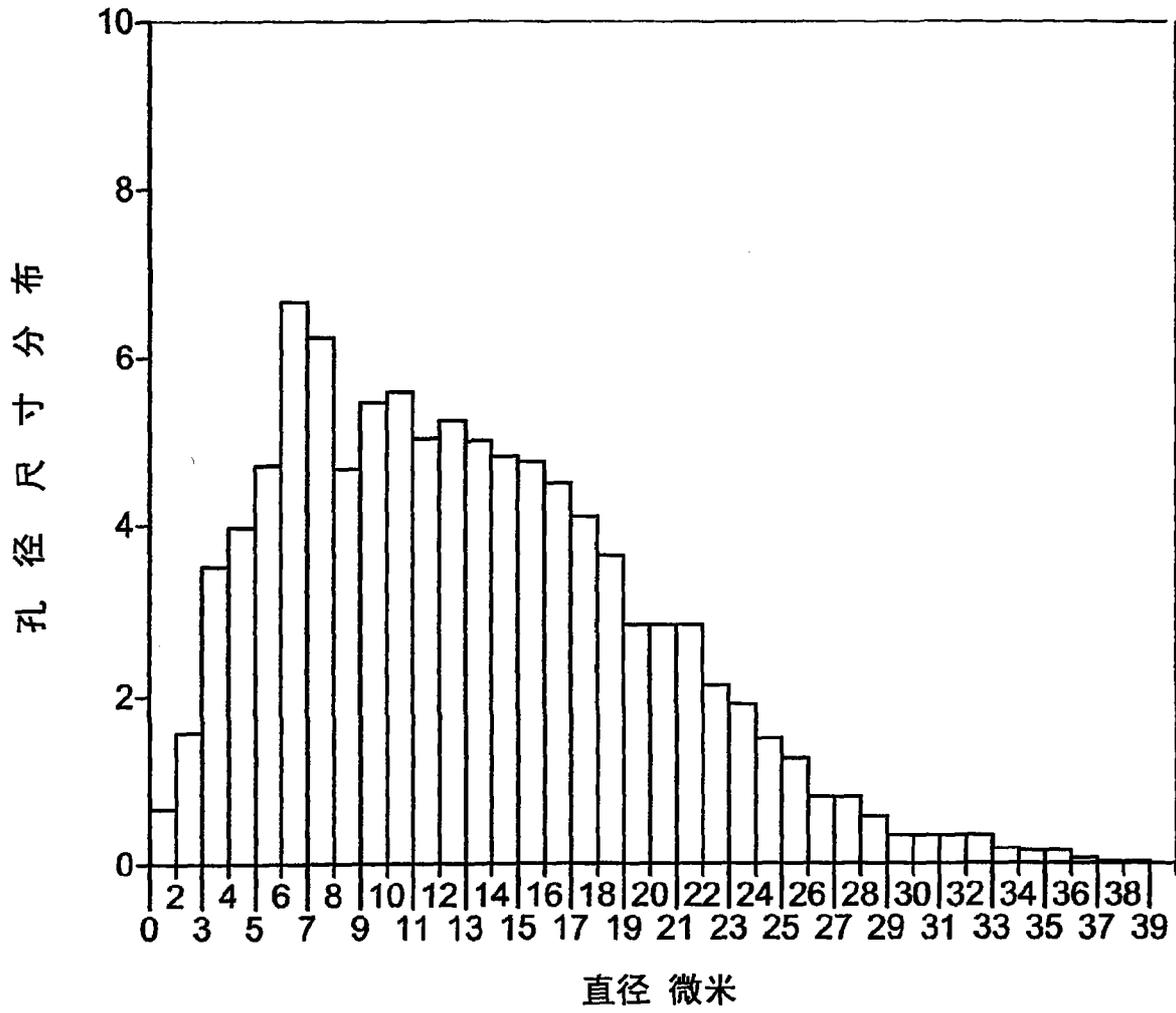


图 14

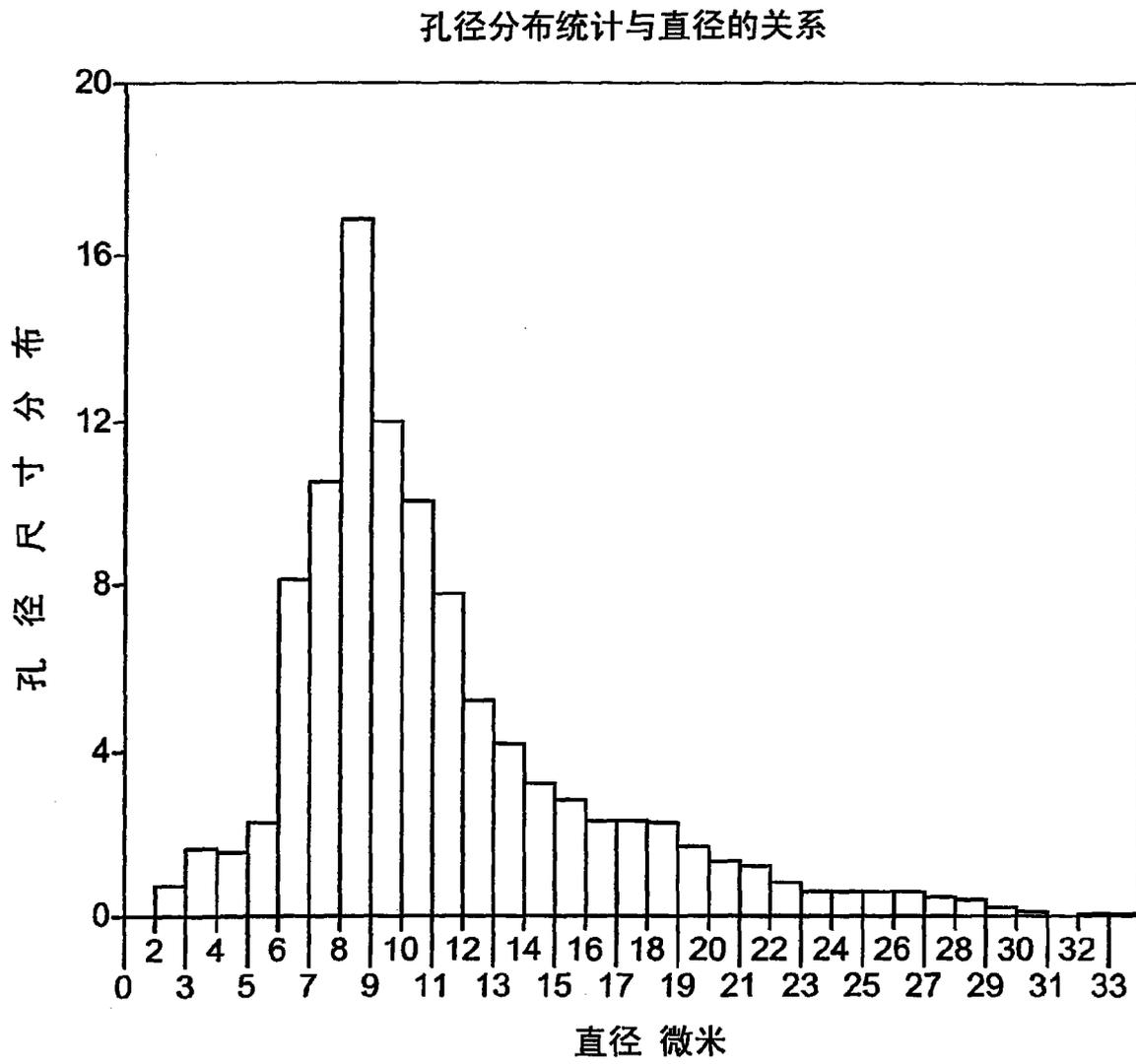


图 15

$100\% * (1 - dC_{m\downarrow} / dC_{m\uparrow})$

X80	0.30 $\mu\text{m}$	1.13 $\mu\text{m}$
X95	0.84 $\mu\text{m}$	3.13 $\mu\text{m}$
Ret.	99.88 %	90.24 %
dp	243.85 Pa	242.63 Pa
Ret. (0.4 $\mu\text{m}$ )	87.85 %	31.20 %

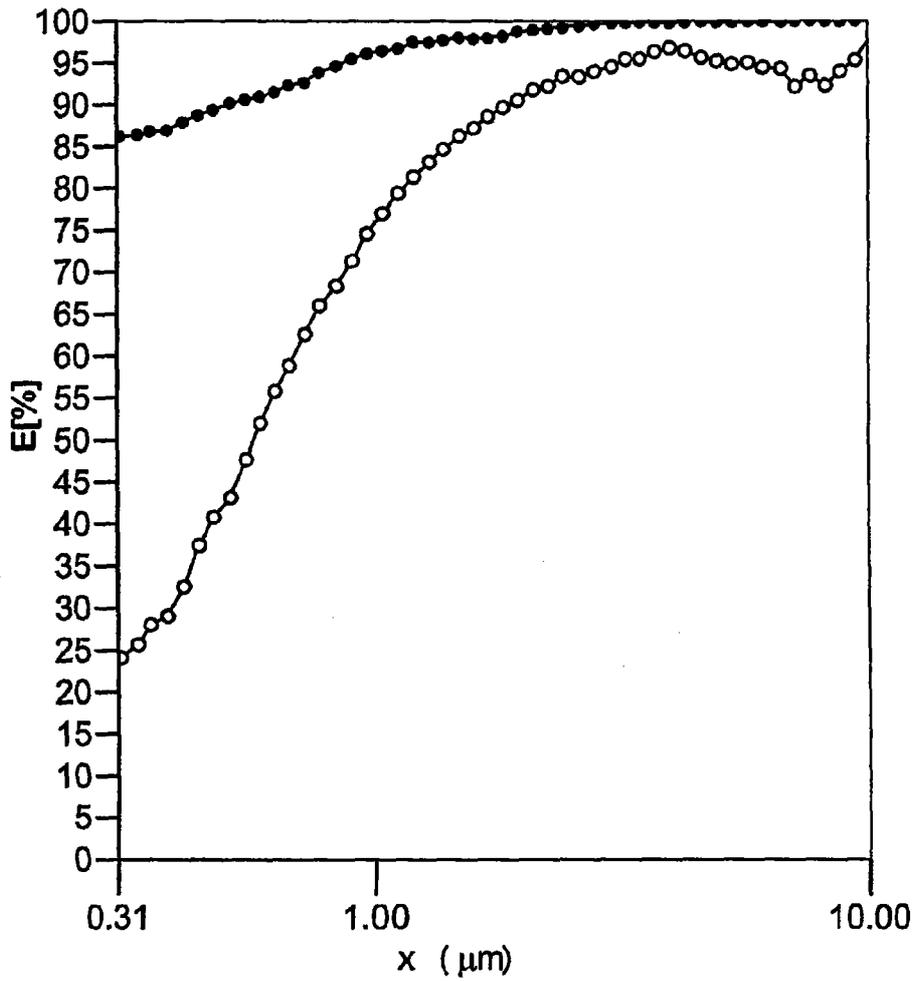


图 16

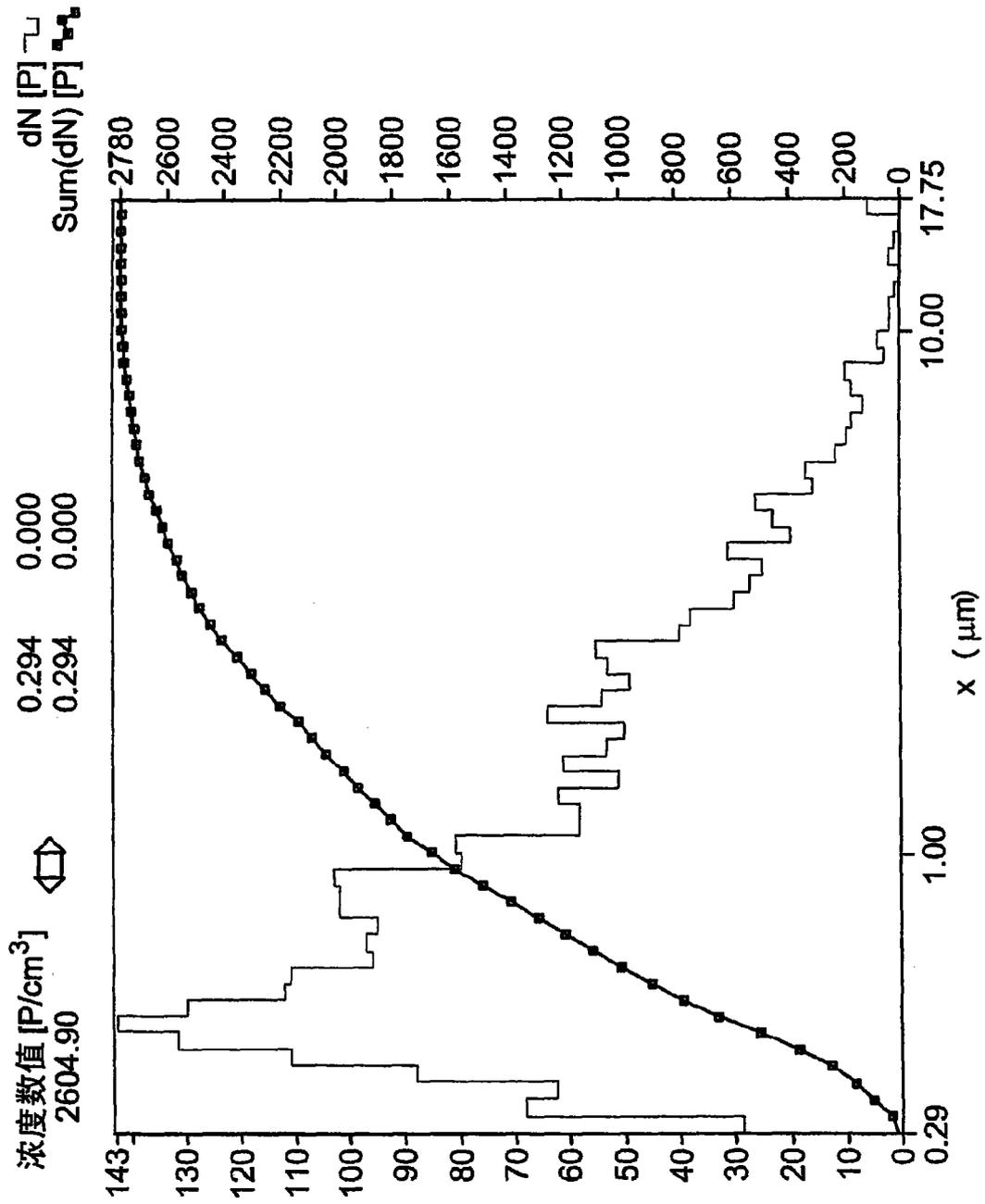


图 17

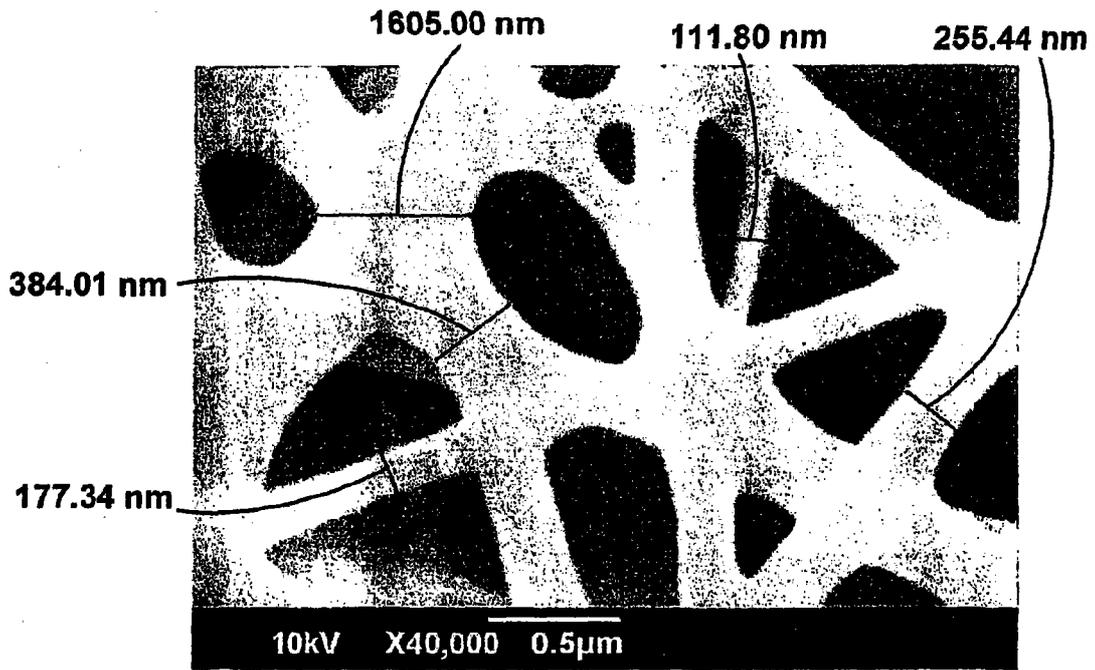


图 18

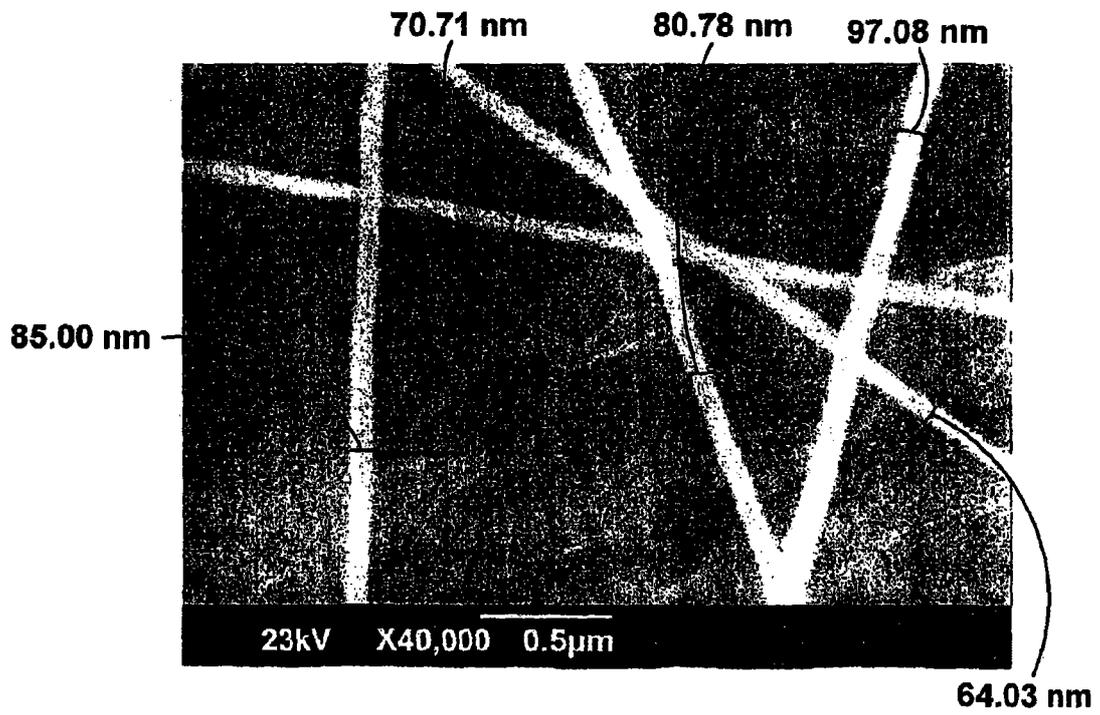


图 19